

DK

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-135962

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

C 07 D 233/64  
403/12

識別記号

1 0 6

庁内整理番号

8412-4C  
7451-4C

⑬ 公開 平成3年(1991)6月10日

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全33頁)

⑭ 発明の名称 4(5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物及びその合成方法

⑮ 特 願 平1-339099

⑯ 出 願 平1(1989)12月26日

優先権主張 ⑰ 平1(1989)7月31日 ⑱ 日本(JP) ⑲ 特願 平1-199793

⑳ 発 明 者	澤 夏 雄	香川県仲多度郡多度津町若葉町5丁目27番地
㉑ 発 明 者	狩 野 直 喜	香川県丸亀市城東町1丁目4番8号
㉒ 発 明 者	増 田 武	香川県丸亀市北平山町2丁目8番15号
㉓ 発 明 者	三 浦 昌 三	香川県三豊郡三野町大字吉津乙704番地
㉔ 出 願 人	四国化成工業株式会社	香川県丸亀市港町147番地の1

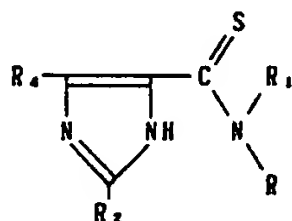
# 明 細 書

## 1. 発明の名称

4(5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物  
及びその合成方法

## 2. 特許請求の範囲

### (1) 一般式

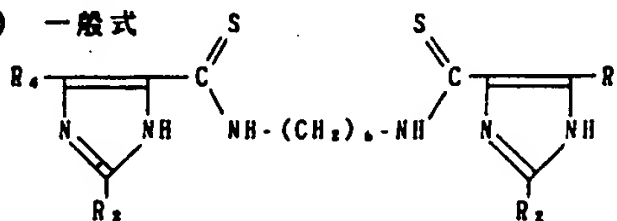


で示される4(5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物。

但し、R<sub>2</sub>は水素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、フェニル基、n-ウンデシル基またはn-ヘプタデシル基、R<sub>4</sub>は水素原子またはメチル基、Rは水素原子、メチル基またはエチル基、R<sub>1</sub>は水素原子、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、n-ドデシル基、n-オクタデシル基、1,5-ペンタメチレン基、シクロヘキシル基、β、β'-オキシジエチレン基、β、β'-アミノ-ジエチレン基、β-

アミノエチル基、ベンジル基、アリル基、フェニルアミノ基、β-(イミダゾリル-(4))-エチル基、β-(2-メチルイミダゾリル-(1))-エチル基、カルボキシメチル基、α-カルボキシエチル基、α-カルボキシ-γ-チオメチル-プロピル基、α-カルボキシ-β-メチル-プロピル基、α-カルボキシ-β-メチル-ブチル基、α-カルボキシ-γ-メチル-ブチル基、ε-カルボキシ-ε-アミノペンチル基、α-カルボキシ-β-フェニルエチル基、α-カルボキシ-β-(p-ヒドロキシフェニル)-エチル基、α-カルボキシ-β-(イミダゾリル-(4))-エチル基、α-カルボキシ-β-(インドリル-(3))-エチル基を表わす。

### (2) 一般式

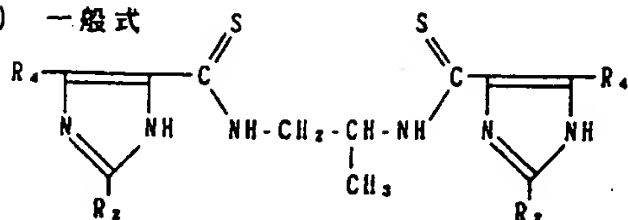


で示される4(5)-チオカルバモイル-イミダゾール

ル化合物。

但し、 $R_2$ は水素原子、メチル基またはフェニル基  
、 $R_4$ は水素原子またはメチル基を表わす。

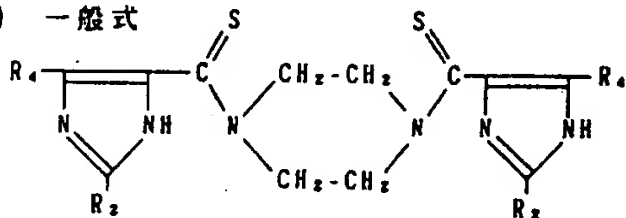
(3) 一般式



で示される 4 (5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物。

但し、 $R_2$ は水素原子、メチル基またはフェニル基  
、 $R_4$ は水素原子またはメチル基を表わす。

(4) 一般式



で示される 4 (5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物。

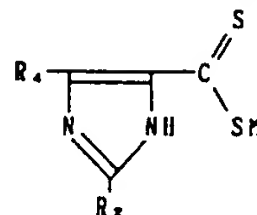
但し、 $R_2$ は水素原子、メチル基またはフェニル基

基、イソプロピル基、 $n$ -ブチル基、イソブチル基、 $n$ -ドデシル基、 $n$ -オクタデシル基、1,5-ペンタメチレン基、シクロヘキシル基、 $\beta$ 、 $\beta'$ -オキシジエチレン基、 $\beta$ 、 $\beta'$ -アミノジエチレン基、 $\beta$ -アミノエチル基、ベンジル基、アリル基、フェニルアミノ基、 $\beta$ -〔イミダゾリル-(4)〕-エチル基、 $\beta$ -〔2-メチルイミダゾリル-(1)〕-エチル基、カルボキシメチル基、 $\alpha$ -カルボキシエチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\gamma$ -チオメチル-プロピル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル-プロピル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル-ブチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\gamma$ -メチル-ブチル基、 $\epsilon$ -カルボキシ- $\epsilon$ -アミノペンチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -フェニルエチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -( $p$ -ヒドロキシフェニル)-エチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -(イミダゾリル-(4))-エチル基または $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -(インドリル-(3))-エチル基を表わす。

で示されるアミン化合物、1,6-ヘキサメチレンジアミン、1,2-プロピレンジアミン及びピペラジン

、 $R_4$ は水素原子またはメチル基を表わす。

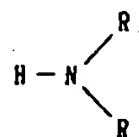
(5) 一般式



但し、 $R_2$ は水素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、フェニル基、 $n$ -ウンデシル基または $n$ -ヘプタデシル基、 $R_4$ は水素原子またはメチル基、 $M$ は水素、ナトリウム、カリウム、カルシウム、バリウム、亜鉛、カドミウム、水銀、鉛、ビスマス、鉄、ニッケル、銅または銀の各原子を表わす。

で示されるイミダゾール-ジチオカルボン酸化合物と

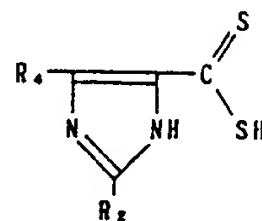
一般式



但し、 $R$ は水素原子、メチル基またはエチル基、 $R_1$ は水素原子、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル

からなる群から選ばれるアミン化合物のいずれかを溶剤中で加熱反応させることを特徴とする 4 (5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物の合成方法。

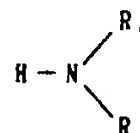
(6) 一般式



但し、 $R_2$ は水素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、フェニル基、 $n$ -ウンデシル基または $n$ -ヘプタデシル基を、 $R_4$ は水素原子またはメチル基を表わす。

で示されるイミダゾール-ジチオカルボン酸化合物と

一般式



但し、 $R$ は水素原子、メチル基またはエチル基、 $R_1$ は水素原子、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル

基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基、*n*-ドデシル基、*n*-オクタデシル基、1,5-ペンタメチレン基、シクロヘキシル基、 $\beta$ 、 $\beta'$ -オキシジエチレン基、 $\beta$ 、 $\beta'$ -アミノジエチレン基、 $\beta$ -アミノエチル基、ベンジル基、アリル基、フェニルアミノ基、 $\beta$ -(イミダゾリル-(4))-エチル基、 $\beta$ -(2-メチルイミダゾリル-(1))-エチル基、カルボキシメチル基、 $\alpha$ -カルボキシエチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\gamma$ -チオメチル-プロピル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル-プロピル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル-ブチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\gamma$ -メチル-ブチル基、 $\epsilon$ -カルボキシ- $\epsilon$ -アミノペンチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -フェニルエチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -1*p*-ヒドロキシフェニル)-エチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -(イミダゾリル-(4))-エチル基または $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -(インドリル-(3))-エチル基を表わす。

で示されるアミン化合物、1,6-ヘキサメチレンジアミン、1,2-プロピレンジアミン及びピペラジン

で示される 4 (5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物の合成方法。

但し、 $R_2$ はメチル基、エチル基、フェニル基、*n*-ウンデシル基または*n*-ヘプタデシル基、 $R_1$ は水素原子またはメチル基を表わす。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 産業上の利用分野

本発明は新規な 4 (5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物及びその製法に関するものである。

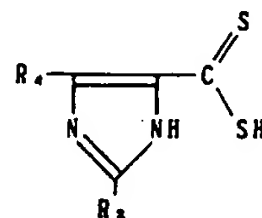
本発明化合物は、それ自身の生物活性が期待されるほかに、同じく生物活性が期待出来る 4 (5)-カルバモイルイミダゾール化合物、4 (5)-アミノメチルイミダゾール化合物及び 4 (5)-シアノイミダゾール化合物の前駆体となるものであり、従って本発明は医薬あるいは農薬分野において有望なものである。

#### 発明が解決しようとする課題

4 (5)-チオカルバモイルイミダゾール化合物は、生物活性が期待出来る化学構造を有しているが今日迄殆ど世に知られていない。医薬あるいは農

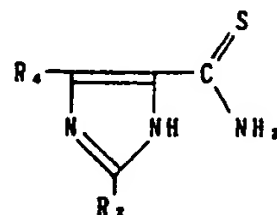
からなる群から選ばれるアミン化合物のいずれか一種及び当量以上のナトリウム、カリウム、カルシウム、バリウム、亜鉛、カドミウム、水銀、鉛、ビスマス、鉄、ニッケル、銅及び銀の水酸化物あるいは酸化物の群から選ばれる化合物の 3 者を、溶剤中で加熱反応させることを特徴とする 4 (5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物の合成方法。

#### (7) 一般式



で示されるイミダゾール-ジチオカルボン酸化合物とアンモニア水溶液を加熱することを特徴とする

#### 一般式



薬分野の研究に貢献すべく、このものを今回新しく提供することが、本発明の解決しようとする課題である。

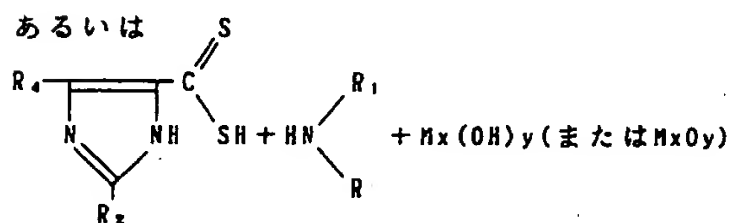
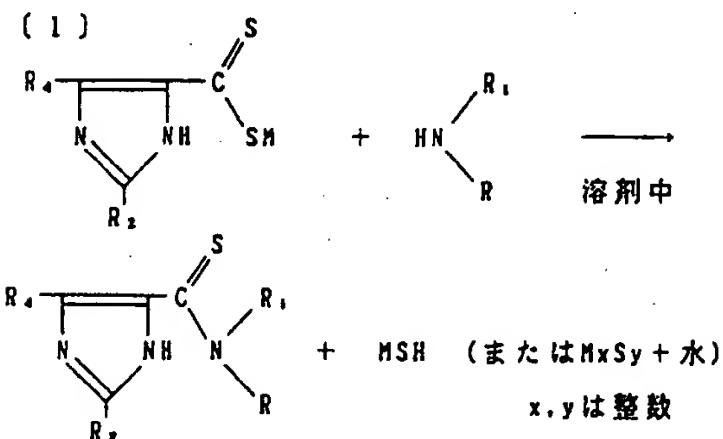
また、同じく生物活性が期待出来る化学構造を有する 4 (5)-カルバモイルイミダゾール化合物及び 4 (5)-アミノメチルイミダゾール化合物もこれ迄殆ど世に知られていないので、それらによる医薬あるいは農薬分野の研究に貢献すべく、それらの前駆体となりうる 4 (5)-チオカルバモイルイミダゾール化合物を今回新しく提供することも、本発明の解決しようとする課題である。

#### 課題を解決するための手段

前述の如く、4 (5)-チオカルバモイルイミダゾール化合物はこれ迄、殆ど世に知られていない。その理由は簡単な合成方法が見つからなかったからと考えられる。本発明者等は鋭意研究の結果、イミダゾール-ジチオカルボン酸化合物（特公昭 60-29707号公報参照）とアミン化合物を水または有機溶剤（アルコールあるいはジメチルスルホキシド）の存在下で加熱すること、あるいはイミダ

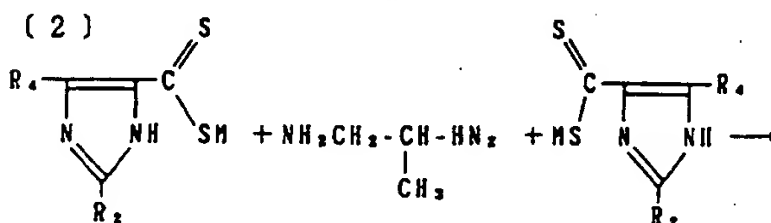
ゾールージチオカルボン酸化合物とアンモニア水を加熱することにより、容易に 4 (5)-チオカルバモイルーイミダゾール化合物を与えるを見出し、本発明を完遂した。

イミダゾールージチオカルボン酸化合物とアミン化合物の反応を式で示せば次のとおりである。

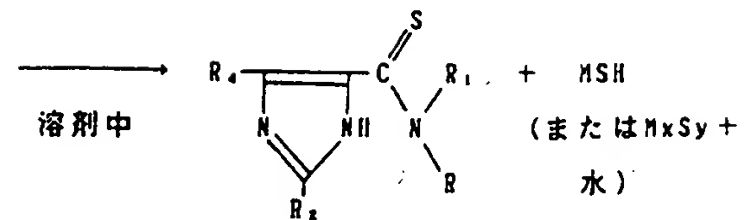


$\alpha$ -カルボキシ- $\gamma$ -チオメチル-プロピル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル-プロピル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル-ブチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\gamma$ -メチル-ブチル基、 $\epsilon$ -カルボキシ- $\epsilon$ -アミノペンチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -フェニルエチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -( $p$ -ヒドロキシフェニル)-エチル基、 $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -(イミダゾリル-(4))-エチル基または $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -(インドリル-(3))-エチル基を表わす。

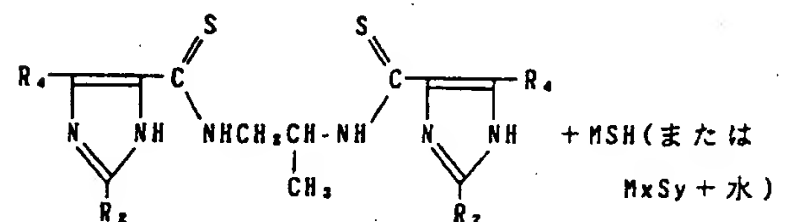
使用されるアミン化合物がジアミン、例えばプロピレンジアミンの場合、反応式は次示のとおりである。



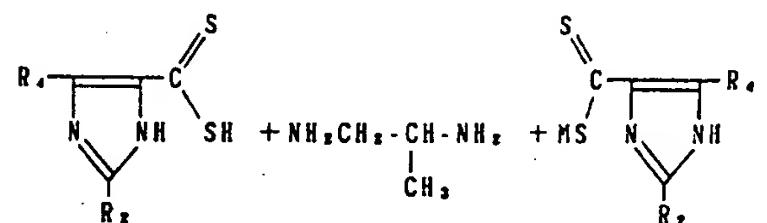
(以下余白)



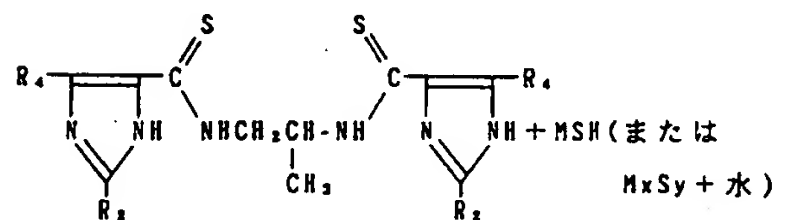
但し、 $R_2$ は水素原子、メチル基、エチル基、イソプロピル基、フェニル基、 $n$ -ウンデシル基または $n$ -ヘプタデシル基、 $R_4$ は水素原子またはメチル基、 $M$ は水素、ナトリウム、カリウム、カルシウム、バリウム、亜鉛、カドミウム、水銀、鉛、ビスマス、鉄、ニッケル、銅または銀の各原子、 $R$ は水素原子、メチル基またはエチル基を、 $R_1$ は水素原子、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、イソプロピル基、 $n$ -ブチル基、イソブチル基、 $n$ -ドデシル基、 $n$ -オクタデシル基、1,5-ペンタメチレン基、シクロヘキシル基、 $\beta$ 、 $\beta'$ -オキシジエチレン基、 $\beta$ 、 $\beta'$ -アミノジエチレン基、 $\beta$ -アミノエチル基、ベンジル基、アリル基、フェニルアミノ基、 $\beta$ -(イミダゾリル-(4))-エチル基、 $\beta$ -(2-メチルイミダゾリル-(1))-エチル基、カルボキシメチル基、 $\alpha$ -カルボキシエチル基、



あるいは



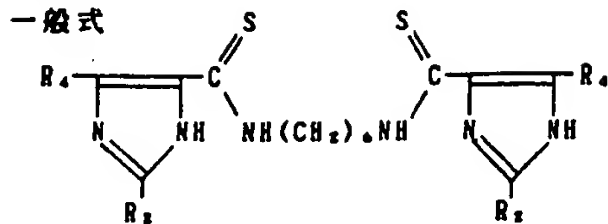
+  $\text{Mx(OH)y}$  または  $\text{MxOy}$   $\longrightarrow$



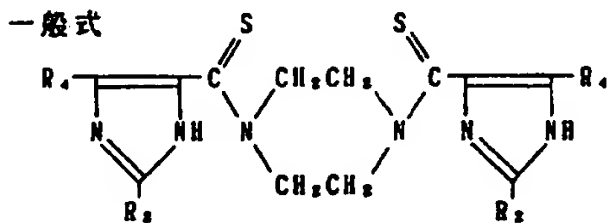
但し、 $R_2$ 、 $R_4$ 、 $R_1$ 、 $R$  および  $M$  は前記のとおりである。

同様にイミダゾールージチオカルボン酸化合物と1,6-ヘキサメチレンジアミンの反応から次示

の一般式で示される目的物を与え、

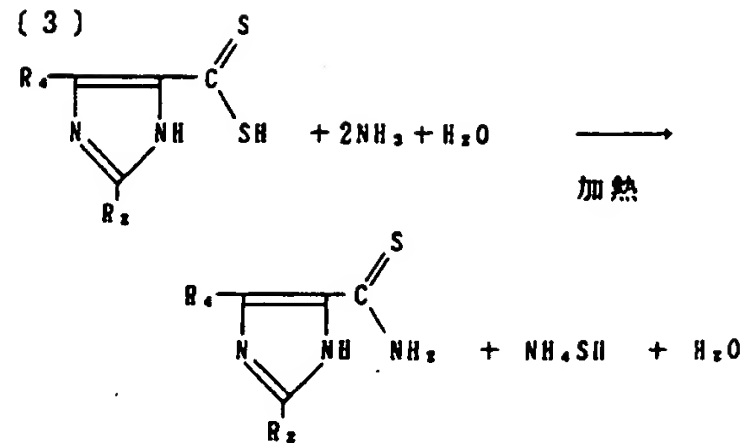


またイミダゾールジチオカルボン酸化合物とピペラジンの反応からは次示の一般式で示される目的物を与える。



(但し、 $R_2$ 、 $R_4$ は前記のとおりである。)

またイミダゾールジチオカルボン酸化合物とアンモニア水の反応を式で示せば次のとおりである。  
(以下余白)



但し、 $R_2$ はメチル基、エチル基、フェニル基、 $n$ -ウンデシル基または $n$ -ヘプタデシル基、 $R_4$ は水素原子またはメチル基を要す。

本発明の実施の態様は、以下に示すとおりである。即ち反応式(1)及び(2)で示される合成方法においては、イミダゾールジチオカルボン酸化合物に対して当量または当量以上のアミン及び適当量の水(あるいはアルコールまたはジメチルスルホキシド)の三者よりなる系を、還流温度で硫化水素の発生が止む迄数時間加熱し、得られる反応混合物に活性炭を加え濾過を行い、濾液を

減圧濃縮して析出した結晶を濾取することにより粗目的物チオカルバモイル化合物が得られる。

また前記の方法の実施に当たってはイミダゾールジチオカルボン酸化合物に対して、当量または当量以上のアミン、水酸化アルカリ(あるいは水酸化アルカリ土類金属)及び適当量の水(あるいはアルコールまたはジメチルスルホキシド)の四者を還流加熱し、前記と同様の後処理を行ってもよい。この場合水酸化物の代わりに相当する酸化物を用いてもよい。水酸化物あるいは酸化物が反応系に存在する場合、発生硫化水素は水硫化物の形で捕足されるので、悪臭発生を防止出来て好都合である。

ジチオカルボン酸アルカリ塩は金属塩と複分解反応により容易に対応するジチオカルボン酸金属塩を与えるので、該金属塩を出発物質として反応を行えば金属硫化物が生成されるため同じく悪臭発生を防止出来る。水酸化アルカリ(あるいは水酸化アルカリ土類金属)の代わりに金属の水酸化物あるいは酸化物を発生硫化水素の捕集剤として

用いることも出来る。ジチオカルボン酸アルカリ塩(あるいはアルカリ土類金属塩)を出発物質として使用する場合も同じく悪臭から解放される。

本発明の実施においては、各種の金属の水酸化物あるいは酸化物を使用しうるけれども、経済的に好ましいのは中でもナトリウム、カリウム及び亜鉛の水酸化物あるいは酸化物であり、溶剤のうち経済的に有利なものは水である。

また反応式(3)で示される合成方法においては、イミダゾールジチオカルボン酸化合物1モルに対して2モル以上、好ましくは3.5~4.0モルのアンモニア及び適当量の水の三者よりなる系を密閉容器中に入れ、60~120℃の温度において1~3時間加熱し、得られた反応生成物を含む溶液を減圧濃縮し副生成物の $NH_4SH$ を除去したのち、酸性水溶液とし、これに活性炭を加えて濾過する。得られた濾液をアルカリを用いて中和し析出する結晶を濾取するか、あるいは得られた濾液をアルカリを用いて中和したのち乾固し、乾固物を抽出し再度乾固して得られる結晶を再結晶処理し

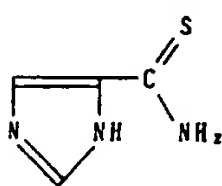
目的物を得る事ができる。

前記の方法において酸性水溶液の調製に用いることができる酸の代表的なものとしては、硫化水素より酸性度が大きい塩酸、リン酸、硫酸あるいは酢酸等である。

本発明の実施において密閉容器中の加熱反応により生じる圧力は、通常圧力計（ブルドン管式）では測定できない程度に低いものであり、またその際用いられる密閉容器としてはステンレス製のものが好適であり、他に耐圧ガラス製のものを使用することが可能である。

本発明によって得られる 4 (5)-チオカルバモイルイミダゾール化合物の性質を次示す。

#### 4-チオカルバモイルイミダゾール



m.p. 209~211℃

(メタノール) 分解。

弱酸性淡肌色結晶。

水及びメタノールに可溶、アセトンに難溶。

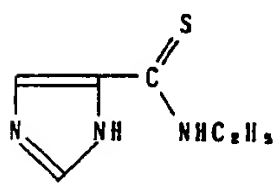
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.65~0.75

875(25), 860(18), 790(21), 710(32), 655(40)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.77, s, 1H (2位プロトン); 7.67, s, 1H (5位プロトン); 3.24, s, 3H (メチル)

Mass:m/e 141(M<sup>+</sup>), 112, 81, 69

#### 4-エチルチオカルバモイルイミダゾール



m.p. 117~118℃ (水)。

中性黄白色結晶。

水、メタノール、エタノール及びアセトンに可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70~0.80  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3235(13), 3100(23), 2970(17), 2930(21), 2880(19), 2770(16), 2570(14), 1880(31), 1725(44), 1685(46), 1640(50), 1544(14), 1520(9), 1441(18), 1387(19), 1326(11), 1294(16), 1232(16), 1222(23), 1156(21), 1103(18), 1045(29), 945(10), 852(19), 840(23), 788(31), 779(32), 708(37)

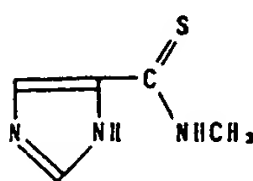
NMR(CDCl<sub>3</sub>): δ 10.16, s, 1H (イミダゾールのNH); 8.93, s, 1H (NH); 7.82, s, 1H (2位プロト

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3340(35), 3260(35), 3155(27), 2985(36), 1613(30), 1550(47), 1500(47), 1440(50), 1408(35), 1357(41), 1225(52), 1175(53), 1132(57), 1088(41), 982(36), 921(60), 852(40), 704(60)

NMR(d<sub>6</sub>-DMSO): δ 12.25, s, 1H (1位NH); 9.32, s, 1H と 9.00, s, 1H (チオアミド); 7.78, s, 1H (2位プロトン); 7.74, s, 1H (5位プロトン)

Mass:m/e 127(M<sup>+</sup>), 94, 68, 67, 41

#### 4-メチルチオカルバモイルイミダゾール



m.p. 191~194℃ (水)。

中性無色結晶。

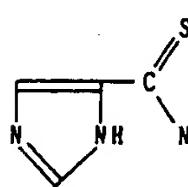
水、メタノール及びアセトンに易溶、クロロホルムに難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.65~0.80  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3230(11), 3100(16), 2960(21), 2560(16), 1890(28), 1550(13), 1530(9), 1440(24), 1355(19), 1325(13), 1300(15), 1235(19), 1175(23), 1105(16), 1040(18), 1015(18),

ン) 7.57, s, 1H (5位プロトン); 3.86, q (7Hz), 2H; 1.35, t (7Hz), 3H

Mass:m/e 155(M<sup>+</sup>), 122(M<sup>+</sup>-SH), 121, 120, 112, 111, 94, 85, 84, 69~67, 44, 41, 40, 28, 26

#### 4-n-プロピルチオカルバモイルイミダゾール



m.p. 118~120℃ (トルエン)。

弱酸性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水およびクロロホルムに不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.67~0.74  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3220(25), 2960(28), 2870(28), 1543(27), 1520(20), 1445(31), 1388(31), 1345(29), 1325(24), 1291(27), 1230(27), 1220(33), 1170(36), 1105(24), 1060(33), 933(22), 868(33), 847(37)

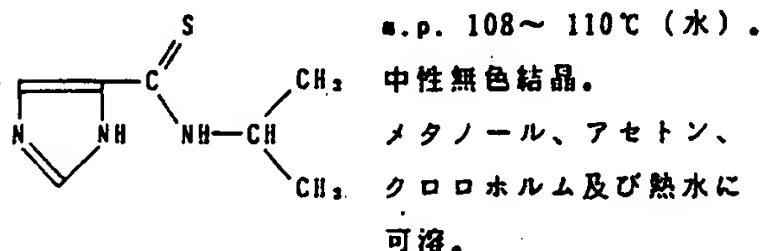
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.77, s, 1H (2位プロトン); 7.67, s, 1H (5位プロトン); 3.73, t (7Hz), 2H (α-メチレン); 1.75, q (7Hz) と t (7H

2), 2H ( $\beta$ -メチレン): 1.00, t (7Hz)

, 3H (末端メチル)

Mass: m/e 169 ( $M^+$ ), 127 (チオカルバモイル-イミダゾール), 111 (127-NH<sub>2</sub>), 94, 58 (プロピルアミン-H)

4-イソプロピル-チオカルバモイル-イミダゾール



TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.72 ~ 0.77  
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3310(27), 3130(20), 3100(21), 2975(24),  
 1562(14), 1512(29), 1497(30), 1461(42),  
 1397(20), 1338(37), 1316(35), 1219(41),  
 1168(41), 1080(37), 1013(18), 900(48),  
 818(41), 688(50)

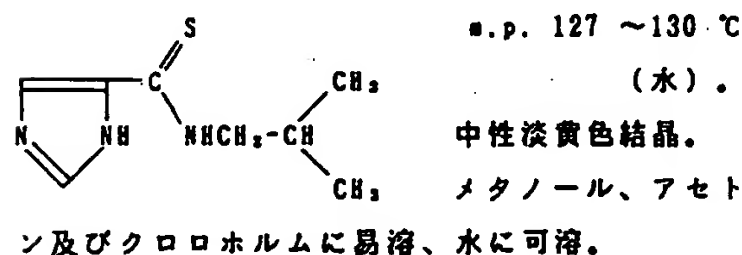
NMR(CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  8.79, s, 1H (アミドのNH); 7.81, s,  
 1H (2位); 7.57, s, 1H (5位); 4.82, m

2H ( $\gamma$ -メチレン): 0.98, t (7.3Hz),

3H (末端メチル)

Mass: m/e 183 ( $M^+$ ), 150 ( $M^+$ -SH), 141 ( $M^+$ -トリ  
 メチレン), 111 ( $M^+$ -ブチルアミン残基  
 ), 94, 72 (ブチルアミン残基), 67 (イミダ  
 ゴール残基)

4-イソブチル-チオカルバモイル-イミダゾール



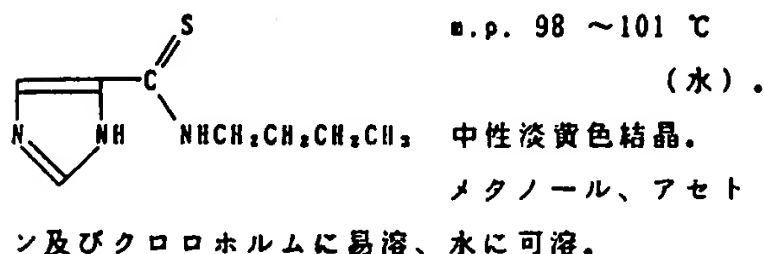
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.75 ~ 0.85  
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3300(12), 3150(31), 3050(29), 2960(19),  
 1560(9), 1515(19), 1420(30), 1380(26),  
 1370(27), 1335(24), 1290(41), 1245(28),  
 1215(27), 1150(41), 1085(30), 1060(15),  
 1010(20), 890(22), 835(43), 805(41),  
 720(42), 665(42)

(q-q-d, 7Hz-7Hz-8Hz) (メチン): 1.35

, d (7Hz), 6H (メチル)

Mass: m/e 169 ( $M^+$ ), 111 ( $M^+$ -イソプロピルアミ  
 ン残基), 94, 58 (イソプロピルアミン残基)

4-n-ブチル-チオカルバモイル-イミダゾール



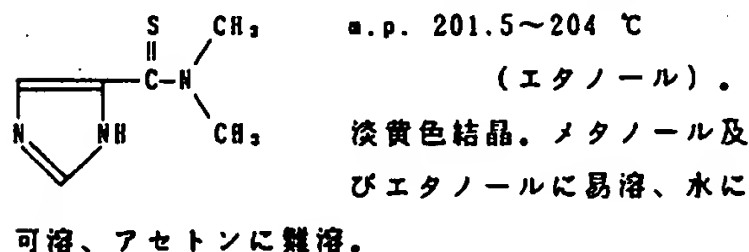
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70 ~ 0.80  
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3240(9), 3105(23), 2950(11), 2930(12),  
 2560(13), 1540(12), 1520(6), 1445(24),  
 1390(20), 1328(11), 1290(15), 1231(13),  
 1110(10), 930(9), 875(22), 790(34),  
 710(42)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.78, s, 1H (2位); 7.67, s, 1H (5位)  
 ; 3.78, t (7.3Hz), 2H ( $\alpha$ -メチレン);  
 1.71, m, 2H ( $\beta$ -メチレン); 1.43, m,

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.77, s, 1H (2位); 7.68, s, 1H (5位)  
 ; 3.6, d (7Hz), 2H ( $\alpha$ -メチレン); 2.20  
 ~ 2.05, m, 1H ( $\beta$ -メチレン); 1.00, d  
 (6Hz), 6H (末端メチル)

Mass: m/e 183 ( $M^+$ ), 150 ( $M^+$ -SH), 127 (チオカル  
 ボニルイミダゾール), 111 ( $M^+$ -イソブ  
 チルアミン残基), 94, 72 (イソブチルアミ  
 ン残基)

4-ジメチル-チオカルバモイル-イミダゾール

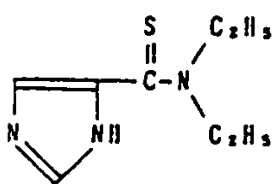


TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.40 ~ 0.56  
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3080(11), 2955(21), 2840(15), 2650(18),  
 2590(19), 1558(16), 1510(17), 1495(15),  
 1445(18), 1390(12), 1315(10), 1300(24),  
 1215(23), 1140(18), 1045(32), 1025(9),  
 955(21), 850(23), 815(28), 700(60)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.69, s, 1H (2位); 7.46, s, 1H (5位)  
; 3.54~3.46, d, 6H (メチル)

Mass: m/e 155(M<sup>+</sup>), 138, 111 (M<sup>+</sup> - ジメチルアミ  
ン残基), 84, 44

4-ジエチルチオカルバモイルイミダゾール



m.p. 145~148 °C  
(アセトン)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、アセトン及

びクロロホルムに易溶、水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.63 ~ 0.75

$\nu_{\text{KBr}}$   
 $\text{cm}^{-1}$ : 3085(21), 2980(27), 2960(26), 2850(26),  
1555(38), 1500(25), 1440(27), 1420(20),  
1355(38), 1342(38), 1325(27), 1265(18),  
1190(30), 1140(30), 1030(26), 995(41),  
850(37), 795(50)

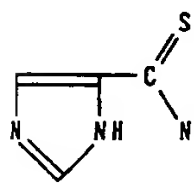
NMR(CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  7.64, s, 1H (2位); 7.43, s, 1H (5位)  
; 4.10 と 3.95, 2個の d(7Hz), 4H (メチ  
レン); 1.38, s, 6H (メチル)

Mass: m/e 183(M<sup>+</sup>), 154 (M<sup>+</sup> - C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), 111 (M<sup>+</sup> - ア

レン); 1.74, 2個の t(7Hz), 2H ( $\beta$ -メ  
チレン); 1.26, s, 18H (中間メチレン  
); 0.88, t(7Hz), 3H (末端メチル)

Mass: m/e 295(M<sup>+</sup>), 184(アミン残基), 141, 127(チ  
オカルバモイルイミダゾール), 111 (M<sup>+</sup>  
- アミン残基), 94

4-n-オクタデシルチオカルバモイルイミ  
ダゾール



m.p. 94~95 °C  
(メタノール)。

中性淡黄色結晶。

アセトン、メタノー

ル及びエタノールに可溶、水に不溶。

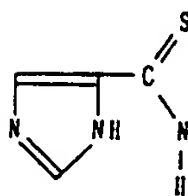
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.80 ~ 0.90

$\nu_{\text{KBr}}$   
 $\text{cm}^{-1}$ : 3343(26), 3100(30), 2920(12), 2850(17),  
1560(28), 1510(29), 1465(41), 1400(37),  
1325(52), 1260(58), 1217(59), 1090(51),  
1010(58), 1000(50), 890(53), 820(65),  
790(66), 715(61)

NMR(CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  8.93, br, s, 1H (イミダゾールのNH

ミン残基), 94, 72(アミン残基), 44

4-n-ドデシルチオカルバモイルイミダゾ  
ール



m.p. 85~87 °C

(メタノール)。

中性淡黄色結晶。

熱メタノール、アセ

トン及びクロロホルムに可溶、水及びメタノール  
に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.68 ~ 0.72

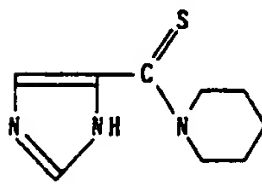
$\nu_{\text{KBr}}$   
 $\text{cm}^{-1}$ : 3340(27), 3210(21), 2950(22), 2920(13),  
2850(16), 1560(42), 1542(38), 1522(31),  
1462(37), 1390(40), 1326(37), 1295(41),  
1230(41), 1175(51), 1155(52), 1115(42),  
1067(51), 995(55), 970(56), 930(38),  
875(50), 862(53), 839(51), 790(60),  
779(59), 712(57)

NMR(CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  8.93, br, s, 1H (チオアミドのNH);  
7.87, s, 1H (2位); 7.58, s, 1H (5位);  
3.81, t(7Hz) と d(6Hz), 2H ( $\alpha$ -メチ

); 7.88, s, 1H (2位); 7.58, s, 1H (5位  
); 3.80, q, 2H ( $\alpha$ -メチレン); 1.74, m,  
2H ( $\beta$ -メチレン); 1.69, m, 2H ( $\gamma$ -  
メチレン); 1.30~1.40, m, 2H ( $\delta$ -メ  
チレン); 1.26, s, 26H (中間メチレン  
); 0.88, t, 3H (末端メチル)

Mass: m/e 379(M<sup>+</sup>), 368, 346 (M<sup>+</sup> - SH), 335, 318,  
306, 278, 256, 236, 194, 185, 168, 140, 111 (M<sup>+</sup>  
- アミン残基), 99~93, 85~79, 73,  
71, 69, 57, 55, 43, 41

4-(1',5'-ペンタメチレン)チオカルバモイ  
ルイミダゾール



m.p. 153 ~ 154.5 °C (水)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール、  
クロロホルム及び熱水に可

溶、水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.48 ~ 0.56

$\nu_{\text{KBr}}$   
 $\text{cm}^{-1}$ : 3100(23), 3080(23), 2940(16), 2850(16),  
1550(33), 1490(30), 1471(14), 1441(15),

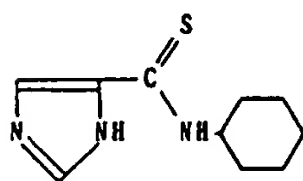


1420(16), 1320(17), 1305(25), 1240(13),  
1218(19), 1112(25), 1017(12), 1003(30),  
950(30), 840(29)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.67, s, 1H (2位); 7.42, s, 1H (5位);  
4.28, br., 2H と 3.95, br., 2H ( $\alpha$ ,  $\alpha'$  メチレン); 1.76 と 1.66, br., 6H (中間メチレン)

Mass: m/e 195(M<sup>+</sup>), 149, 111(M<sup>+</sup> - アミン残基),  
84(アミン残基), 69

4-シクロヘキシル-チオカルバモイル-イミダゾール



m.p. 183 ~ 184 °C  
(メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール及

びアセトンに可溶、水に不溶。

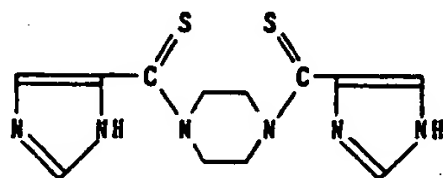
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.80 ~ 0.85  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3305(23), 2930(21), 2850(26), 1645(62),  
1553(23), 1500(24), 1435(43), 1385(26);  
1357(40), 1346(40), 1320(44), 1215(34).

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.45 ~ 0.60  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3100(28), 2970(32), 2920(29), 2860(26),  
2650(33), 2590(35), 1555(40), 1500(40),  
1472(20), 1445(24), 1430(29), 1410(29),  
1322(21), 1310(28), 1240(22), 1110(20),  
1030(13), 960(27), 860(35), 850(37)

NMR(CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  7.65, s, 2H (2と 5位); 4.35, s, 4H (1'-メチレン); 3.84, s, 4H (2'-メチレン)

Mass: m/e 197(M<sup>+</sup>), 164(M<sup>+</sup> - SH), 152, 127 (チオカルバモイル-イミダゾール), 111(M<sup>+</sup> - アミン残基), 94, 86(アミン残基)

N,N'-ビス-(イミダゾリル-4-チオカルボニル)-ヒペラジン



m.p. > 250 °C (水)。中性淡黄色結晶。

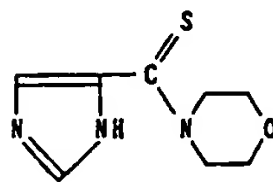
メタノール、エタノール及びアセトンに難溶、水

1150(45), 1095(45), 1080(40), 1013(20),  
967(51), 879(32), 827(49), 804(51),  
790(60), 715(54), 665(52)

NMR(CDCl<sub>3</sub>):  $\delta$  9.82, br, s, 1H (イミダゾールのNH); 8.84, br, s, 1H (アミンのNH); 7.84, s, 1H (2位); 7.57, s, 1H (5位); 4.52, m, 1H ( $\alpha$ -メチン); 2.15, m, 2H と 1.81, m, 2H ( $\alpha$ -メチン); 1.76, m, 4H と 1.67 ~ 1.18, m, 4H (夫々シクロヘキシル)

Mass: m/e 209(M<sup>+</sup>), 176(M<sup>+</sup> - HS), 128, 127 (チオカルバモイルイミダゾール), 111(M<sup>+</sup> - アミン残基), 98 (アミン残基), 94, 84, 81, 69, 67, 55, 41, 28, 26

4-(2',2'-オキシジエチレン)-チオカルバモイル-イミダゾール



m.p. 196 ~ 198.3 °C  
(エタノール)。

中性黄色結晶。

メタノール、エタノール及

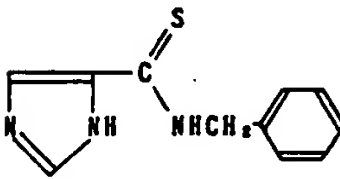
びクロロホルムに易溶、水に可溶。

に可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70 ~ 0.80  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3110(31), 2980(32), 2890(28), 2800(27),  
2580(33), 1520(36), 1495(35), 1470(13),  
1432(12), 1356(41), 1320(19), 1295(39),  
1270(26), 1206(10), 1151(25), 1104(32),  
1050(47), 1040(45), 1012(15), 964(32),  
913(27), 845(37), 795(41), 700(50)

NMR(DMSO-d<sub>6</sub>):  $\delta$  12.54, s, 2H (イミダゾールのNH); 7.74, s, 4H (イミダゾール環プロトン); 4.55, s と 4.40, s と 4.24, s, 8H (ピペラジン環プロトン)

4-ベンジル-チオカルバモイル-イミダゾール



m.p. 136 ~ 139 °C  
(エタノール)。

中性無色結晶。

メタノール、エタノール

及びクロロホルムに易溶、水に難溶。

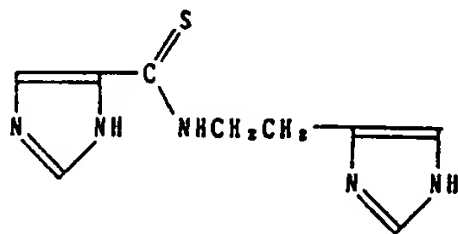
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.72 ~ 0.82  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3320(32), 3280(22), 3120(25), 3055(28),

2910(33), 2830(35), 2560(45), 1600(59),  
1560(15), 1505(24), 1450(38), 1420(36),  
1380(27), 1330(31), 1285(39), 1215(42),  
1200(50), 1090(41), 1050(34), 995(26),  
940(34), 880(35), 728(37), 687(32)

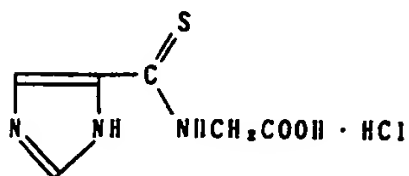
NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.82, s, 1H (2位); 7.66, s, 1H (5位)  
); 7.4~7.2, m, 5H (フェニル); 5.00  
, s, 2H (メチレン)

Mass: m/e 217(M<sup>+</sup>), 183(M<sup>+</sup> - SH), 141 (メチルー  
チオカルバモイルーイミダゾール), 112,  
91.69

4-(イミダゾリル-4'-エチル)-チオカルバ  
モイルーイミダゾール



m.p. 204 ~ 207 °C (水) 分解。弱塩基性無色結晶。  
水及びメタノールに可溶、ジメチルスルホキシド



m.p. 219 ~ 224 °C (メタノール)。分解。

酸性淡黄色結晶。水、メタノール及びジメチルス  
ルホキシドに易溶、アセトンに難溶。

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.62 ~ 0.80  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3420(30), 3130(15), 3060(23), 3010(19),  
2940(20), 2830(19), 2620(34), 1720(11),  
1615(45), 1590(47), 1540(15), 1460(32),  
1410(38), 1370(43), 1330(31), 1310(35),  
1260(39), 1220(23), 1158(42), 1120(25),  
970(38), 898(41), 840(34), 705(40)

NMR(DMSO-d<sub>6</sub>):  $\delta$  12.62, s, 1H (イミダゾールのNH  
); 9.89, s, 1H (チオアミドのNH); 7.79  
, s, 2H (イミダゾールプロトン); 4.38  
, d(5.7Hz), 2H (メチレン)

Mass: m/e 185(M<sup>+</sup>), 167(M<sup>+</sup> - 18), 140(M<sup>+</sup> - COOH)  
, 111(M<sup>+</sup> - グリシン残基), 68 (イミダ

に易溶、アセトンに難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.05 ~ 0.13  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3310(23), 3120(30), 3095(27), 2980(33),  
2940(30), 2640(31), 2580(30), 1560(11),  
1515(18), 1445(28), 1430(27), 1375(31),  
1332(31), 1275(32), 1225(37), 1160(37),  
1095(35), 1070(30), 1000(20), 970(32),  
890(36), 770(45), 720(44)

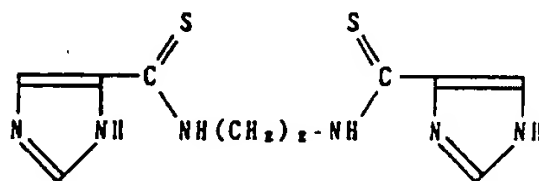
NMR(DMSO-d<sub>6</sub>):  $\delta$  12.55, s, 1H (イミダゾールのNH  
); 9.92, s, 1H (チオアミドのNH); 7.75  
, s, 2H (イミダゾールプロトン); 7.58  
, s, 1H (ヒスタミンの 2位); 6.88, s,  
1H (ヒスタミンの 5位); 3.90, m, 2H ( $\alpha$ -メチレン); 2.87, t(6.8Hz), 2H ( $\beta$ -メチレン) 但し  $\alpha$ ,  $\beta$  位はチオ  
カルバモイルのNHを基点とする。

Mass: m/e 221(M<sup>+</sup>), 187(M<sup>+</sup> - H<sub>2</sub>S), 128, 111, 107,  
95, 94, 67 (イミダゾール残基)

4-カルボキシメチルーチオカルバモイルーイミ  
ダゾール・塩酸塩

ゾール)

(1',2'-エチレン)-ビス-(4-チオカルバモ  
イル)-イミダゾール



m.p. > 250 °C (メタノール)。中性無色結晶。

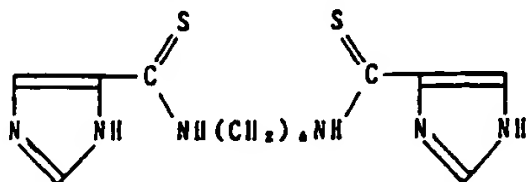
水及びメタノールに可溶、アセトンに難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.59 ~ 0.68  
KBr  
 $\nu$  cm<sup>-1</sup>: 3330(28), 3120(24), 3100(25), 1555(22),  
1508(22), 1463(52), 1416(43), 1390(30),  
1320(42), 1219(54), 1125(48), 1088(34),  
1008(35), 915(65), 882(46), 777(57),  
713(67), 670(73)

NMR(DMSO-d<sub>6</sub>):  $\delta$  7.77, s, 2H; 7.76, s, 2H; 3.98, s,  
4H

Mass: m/e 280(M<sup>+</sup>), 213, 169, 153, 136, 120, 111(  
M<sup>+</sup> - アミン残基), 107, 94, 83, 81, 69, 67,  
57, 55, 43

N,N'-ビス-(イミダゾリル-4-チオカルボニル)-ヘキサメチレンジアミン



m.p. 178 ~ 179 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70 ~ 0.85

$\nu_{\text{KBr}}$ : 3480(45), 3320(37), 3140(43), 3095(43),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 2920(44), 2860(48), 1630(56), 1560(33),  
 1505(43), 1487(45), 1466(49), 1390(40),  
 1365(46), 1325(47), 1210(55), 1095(47),  
 990(49), 886(53), 763(59), 720(61)

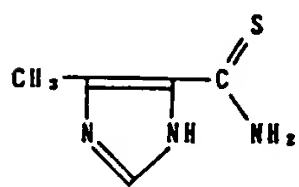
NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.76, s, 2H (2位); 7.68, s, 2H (5位);  
 3.78, t(7Hz), 4H ( $\alpha$ -メチレン);  
 1.77, m, 4H ( $\beta$ -メチレン); 1.49, m, 4H ( $\gamma$ -メチレン)

Mass: m/e 211(M<sup>+</sup>), 210, 209, 176, 128, 127(チオカ

と6.85, t(8Hz), 1H(フェニル)

Mass: m/e 218(M<sup>+</sup>), 184, 125, 111(M<sup>+</sup>-アミン残基), 109, 94, 93(アニリン), 91, 77, 69~65, 57, 55, 45 ~ 39

4(5)-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 174 ~ 176 °C (水)。

中性無色結晶。

ジメチルスルホキシドに易溶、水、メタノール及びア

セトンに可溶、クロロホルムに難溶。

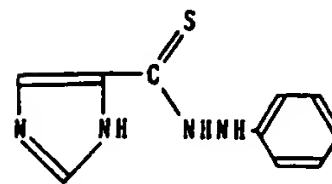
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.55 ~ 0.70

$\nu_{\text{KBr}}$ : 3310(6), 3110(8), 2920(20), 2810(25),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1650(13), 1580(22), 1515(13), 1440(23),  
 1410(17), 1385(14), 1367(17), 1325(24),  
 1250(30), 1150(40), 1105(29), 950(25),  
 870(14), 805(27), 730(31), 670(25)

NMR(DMSO-d<sub>6</sub>):  $\delta$  12.40, s, 1H (イミダゾールのNH);  
 9.05, s, 1H と8.88, s, 1H(チオアミドのNH); 7.58, s, 1H (2位); 2.63, s,

ルバモイル-イミダゾール), 111(M<sup>+</sup>-アミン残基), 98, 94, 84, 81, 69, 67, 55, 44, 41, 39, 28, 26

4-(フェニルアミノ)-チオカルバモイル-イミダゾール



m.p. 199 ~ 200 °C (アセトン)。

中性黄色結晶。

メタノール及びアセト

ンに可溶、水及びクロロホルムに不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.75 ~ 0.85

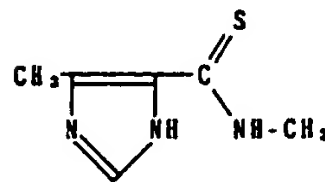
$\nu_{\text{KBr}}$ : 3430(15), 3175(12), 3115(25), 1695(57),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1650(60), 1596(26), 1550(25), 1520(47),  
 1489(19), 1475(23), 1430(35), 1396(23),  
 1360(39), 1320(34), 1300(40), 1240(42),  
 1208(44), 1145(32), 1078(26), 1010(35),  
 902(34), 843(44), 748(22), 707(34),  
 682(30)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.94, s, 1H (2位); 7.73, s, 1H (5位);  
 7.21, t(8Hz), 2H と6.99, d(8Hz), 2H

3H(メチル)

Mass: m/e 141(M<sup>+</sup>), 124(M<sup>+</sup>-NH<sub>2</sub>), 109(M<sup>+</sup>-S),  
 81(メチルイミダゾール残基)

4(5)-メチル-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 159 ~ 163 °C (水)。

中性無色結晶。

メタノール及びアセトンに易溶、熱水及びクロロ

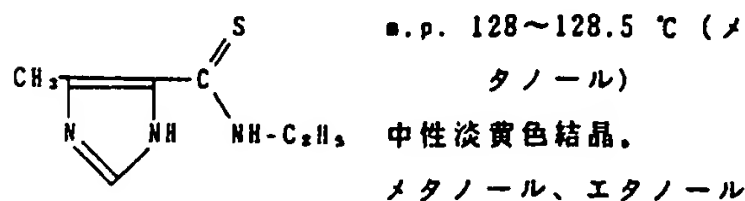
ホルムに可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70 ~ 0.83

$\nu_{\text{KBr}}$ : 3230(6), 3090(6), 3000(9), 2850(13),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1715(34), 1652(35), 1585(5), 1530(8),  
 1500(8), 1430(10), 1415(8), 1385(16),  
 1335(9), 1235(17), 1165(22), 1145(20),  
 1040(8), 960(12), 920(7), 857(25),  
 825(24), 750(28), 705(21)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.48, s, 1H (2位); 3.20, s, 3H(アミンのNH);  
 2.65, s, 3H(イミダゾールのメチル)

Mass: m/e 155(M<sup>+</sup>), 125(M<sup>+</sup>-メチルアミンの残

基), 122 ( $M^+ - SH$ ), 81 (アミン残基)4 (5) - エチル - チオカルバモイル - 5 (4) - メチル  
イミダゾール

及びアセトンに可溶。水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色):  $R_f$  0.70 ~ 0.80  
 $\nu_{KBr}$ : 3300(9), 3100(14), 2970(11), 2920(13),  
 $cm^{-1}$  1660(44), 1575(10), 1510(5), 1425(14),

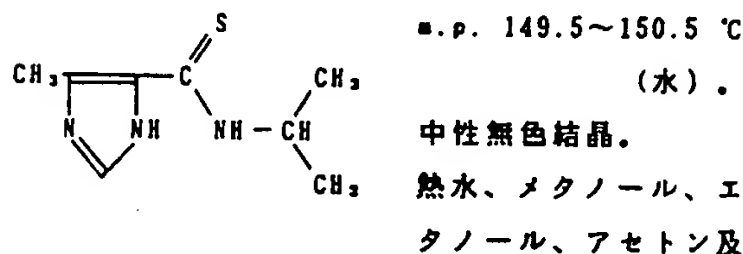
1380(13), 1305(12), 1265(18), 1233(16),  
 1155(25), 1145(19), 1105(31), 1077(33),  
 1040(11), 967(14), 930(16), 867(20),  
 824(32), 791(25), 720(42), 662(29)

NMR( $CD_3OD$ ):  $\delta$  7.49, s, 1H (2位); 3.76, q(7Hz), 2H  
 ( $\alpha$ -メチレン); 2.65, s, 3H (4位メ  
チル); 1.29, t(7Hz), 3H (末端メチル)

Mass:  $m/e$  169( $M^+$ ), 141, 140( $M^+ - C_2H_5$ ), 136( $M^+ - S$ ), 135, 134( $M^+ - H_2S$ ), 126, 125( $M^+ -$

$\alpha$ -メチレン): 2.74, s, 3H (イミダゾ  
ールのメチル); 1.75, q(7Hz) と t(7Hz)  
 ), 2H ( $\beta$ -メチレン); 1.02, t(7Hz),  
 3H (末端メチル)

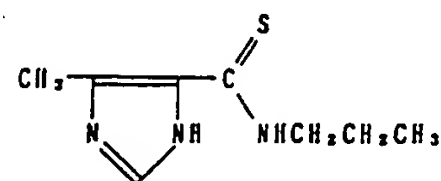
Mass:  $m/e$  183( $M^+$ ), 169( $M^+ - CH_3$ ), 141(チオカル  
バモイルメチルイミダゾール), 134, 125(  
 $M^+ -$  アミン残基), 108, 84, 58(アミン残  
基)

4 (5) - iso - プロピル - チオカルバモイル - 5 (4) -  
メチルイミダゾール

びクロロホルムに可溶、トルエンに不溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色):  $R_f$  0.70 ~ 0.80  
 $\nu_{KBr}$ : 3300(28), 3100(29), 2960(27), 1578(30),  
 $cm^{-1}$  1505(16), 1420(37), 1376(25), 1365(34),  
 1340(36), 1310(34), 1276(41), 1233(42),

アミン残基), 108(140-S), 84 ~ 81, 67, 60  
 , 54 ~ 52, 45, 44, 42

4 (5) - n - プロピル - チオカルバモイル - 5 (4) -  
メチルイミダゾール

$m.p.$  124~126 °C (水)。中性無色結晶。

熱水、メタノール、エタノール、アセトン及びク  
ロロホルムに可溶、トルエンに不溶。

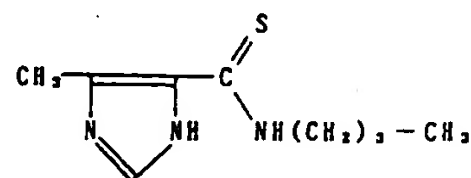
TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色):  $R_f$  0.69 ~ 0.78  
 $\nu_{KBr}$ : 3140(18), 3100(16), 2960(19), 1700(56),  
 $cm^{-1}$  1571(21), 1533(13), 1500(29), 1457(39),  
 1423(29), 1382(33), 1332(37), 1300(40),  
 1240(25), 1117(47), 1060(29), 1023(45),  
 955(32), 920(29), 875(47)

NMR( $CDCl_3$ ):  $\delta$  9.70, br. s, 1H (イミダゾールのNH);  
 9.13, br. s, 1H (チオアミドのNH);  
 7.37, s, 1H (2位), 3.8~3.7, m, 2H (

1155(36), 996(20), 939(54), 910(47),  
 819(48), 666(42)

NMR( $CDCl_3$ ):  $\delta$  9.46, br. s, 1H (イミダゾールのNH);  
 8.95, br. s, 1H (チオアミドのNH);  
 7.38, s, 1H (2位); 4.83, q(7Hz), q(7H  
 z), d(15z), 1H (メチン); 2.76, s, 3H (イ  
 ミダゾールのメチル); 1.33, d(7Hz)  
 ), 6H (アミンのメチル)

Mass:  $m/e$  183( $M^+$ ), 125( $M^+ -$  アミン残基), 108,  
 58(アミン残基)

4 (5) - n - ブチル - チオカルバモイル - 5 (4) - メ  
チルイミダゾール

$m.p.$  135~137 °C (アセトン)。中性無色結晶。

メタノール、アセトン及びクロロホルムに易溶、  
熱水に難溶。

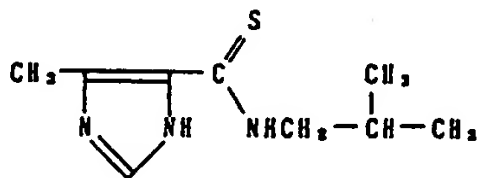
TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色):  $R_f$  0.75 ~ 0.87

KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3090(16), 2960(19), 2920(19), 2850(24),  
 1700(46), 1575(22), 1542(17), 1505(27),  
 1425(29), 1395(29), 1320(34), 1320(30),  
 1310(30), 1215(33), 1072(35), 1025(26),  
 947(27), 915(32), 850(37), 775(44),  
 750(45), 712(53)

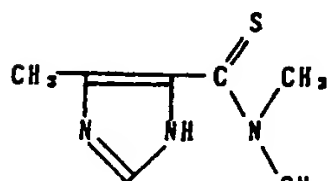
NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.49, s, 1H (2位); 3.74, t (7.4Hz),  
 2H( $\alpha$ -メチレン); 2.66, s, 3H(イミダ  
 ゴールのメチル); 1.75~1.64, m, 2H( $\gamma$ -  
 メチレン); 1.50~1.36, m, 2H( $\beta$ -  
 メチレン); 0.98, t (7.3Hz), 3H (末  
 端メチル)

Mass:m/e 197(M<sup>+</sup>), 164(M<sup>+</sup>-SH), 141(M<sup>+</sup>-テト  
 ラメチレン), 125(M<sup>+</sup>-アミン残基),  
 108.72(アミン残基)

4(5)-イソブチル-チオカルバモイル-5(4)-メ  
 チルイミダゾール



4(5)-ジメチル-チオカルバモイル-5(4)-メチ  
 ルイミダゾール



m.p. 169~173 °C (水).  
 中性淡黄色結晶。  
 メタノール、エタノール  
 及びアセトンに易溶、熱  
 水に可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.40 ~ 0.55  
 KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3080(12), 2860(21), 1680(49), 1585(17),  
 1510(17), 1435(21), 1405(21), 1305(15),  
 1242(22), 1220(22), 1140(15), 1090(15),  
 1045(35), 995(18), 945(18), 830(37),  
 715(45), 675(51)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.54, s, 1H (2位); 3.51, s, 3H と  
 3.26, s, 3H(アミンのメチル); 2.31, s  
 , 3H(イミダゴールのメチル)

Mass:m/e 169(M<sup>+</sup>), 154(M<sup>+</sup>-メチル), 125(M<sup>+</sup>-  
 アミン残基), 81(メチルイミダゴール  
 残基), 44(アミン残基)

m.p. 154~160 °C (アセトン)。中性無色結晶。  
 メタノール、アセトン及びクロロホルムに易溶、  
 水に難溶。

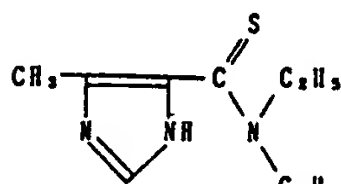
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.72 ~ 0.83  
 KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3160(10), 3090(14), 2950(16), 2920(22),  
 2860(29), 1700(57), 1570(15), 1530(8),  
 1425(25), 1418(25), 1390(24), 1380(27),  
 1330(25), 1235(31), 1155(43), 1145(43),  
 1110(48), 1055(16), 960(30), 910(33),  
 880(38), 760(45), 710(56)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.49, s, 1H (2位); 3.59, d (7Hz), 2H  
 ( $\alpha$ -メチレン); 2.67, s, 3H(イミダゴ  
 ールのメチル); 2.17~2.01, m, 1H( $\beta$ -  
 メチン); 1.00, d (6.6Hz), 6H (末端メ  
 チル)

Mass:m/e 197(M<sup>+</sup>), 164(M<sup>+</sup>-SH), 125(M<sup>+</sup>-アミ  
 ン残基), 108.81(メチルイミダゴール残  
 基)

(以下余白)

4(5)-ジエチル-チオカルバモイル-5(4)-メチ  
 ルイミダゾール



m.p. 112~115 °C (水).  
 中性淡黄色結晶。  
 メタノール、アセトン及  
 びクロロホルムに易溶、  
 水に可溶。

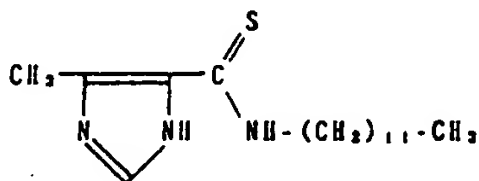
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.45 ~ 0.65  
 KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3110(56), 2970(47), 2930(49), 2860(53),  
 1597(53), 1502(47), 1490(51), 1450(45),  
 1425(47), 1350(58), 1320(51), 1290(55),  
 1265(44), 1240(51), 1200(55), 1145(59),  
 1095(55), 1070(57), 955(58), 715(56),  
 820(61), 775(69), 715(70), 685(74)

NMR(DMSO-d<sub>6</sub>):  $\delta$  7.66, s, 1H (2位); 4.00, q, 2H( $\alpha$ -  
 メチレン); 3.60, q, 2H( $\alpha$ -メチレ  
 ン); 2.26, s, 3H(イミダゴールのメ  
 チル); 1.24, t (7Hz), 3Hと1.15, t (7  
 Hz), 3H (夫々末端メチル)

Mass:m/e 197(M<sup>+</sup>), 168(M<sup>+</sup>-エチル), 125(M<sup>+</sup>-

-アミン残基), 108.81 (メチルイミダゾール残基), 72 (アミン残基)

4 (5)-n-ドデシル-チオカルバモイル-5 (4)-メチルイミダゾール



m.p. 78 ~ 79 °C (アセトン)。中性無色結晶。  
メタノール、エタノール、アセトン及びクロロホルムに可溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.84 ~ 0.93  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3365(26), 3330(27), 3105(25), 2920(15),  
2850(19), 1580(33), 1520(27), 1460(37),  
1427(37), 1380(35), 1321(40), 1290(41),  
1278(41), 1241(43), 1180(49), 1150(46),  
1115(49), 1071(48), 1063(48), 1019(50),  
977(51), 947(46), 923(51), 907(47),  
816(54), 772(55), 711(56), 664(57)

NMR(CDCl<sub>3</sub>): δ 9.45, br. s, 1H (イミダゾールのNH)

に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.90 ~ 0.95  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3365(25), 3330(25), 2915(10), 2845(13),  
1580(33), 1520(26), 1460(33), 1428(38),  
1380(36), 1370(37), 1323(42), 1305(43),  
1240(46), 1150(50), 1115(53), 1075(51),  
1025(57), 950(51), 908(51), 816(63),  
770(64), 712(60), 665(64)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.49, s, 1H (2位); 3.73, t(7Hz), 2H  
(α-メチレン); 2.66, s, 3H (4位メチル); 1.70, m, 2H (β-メチレン); 1.37, m, 2H (γ-メチレン); 1.28, m, 30H (中間メチレン); 0.89, t, 3H (末端メチル)

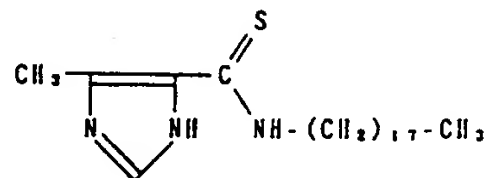
Mass: m/e 394(M<sup>+</sup>+1), 393(M<sup>+</sup>), 368, 360(M<sup>+</sup>-SH), 268, 232, 169, 155, 141, 126, 125(M<sup>+</sup>-アミン残基), 108.98~91, 71, 69, 57, 55, 43, 41, 29~26

(以下余白)

; 9.09, br. s, 1H (チオカルバモイルのNH); 7.38, s, 1H (2位); 3.90~3.70, m, 2H (α-メチレン); 2.76, s, 3H (イミダゾールのメチル); 1.70, 2個の t(7Hz), 2H (β-メチレン); 1.26, s, 18H (中間メチレン); 0.88, t(7Hz), 3H (末端メチル)

Mass: m/e 309(M<sup>+</sup>), 276(M<sup>+</sup>-SH), 184 (アミン残基), 155, 141 (チオカルバモイル-メチルイミダゾール), 125(M<sup>+</sup>-アミン残基), 108.69

4 (5)-n-オクタデシル-チオカルバモイル-5 (4)-メチルイミダゾール

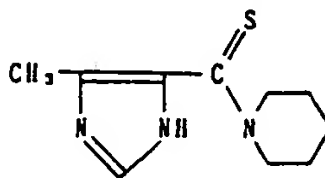


m.p. 89 ~ 91 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール及びアセトンに可溶、水

4 (5)-(1', 5'-ペンタメチレン)-チオカルバモイル-5 (4)-メチルイミダゾール



m.p. 100~102 °C (水)。

中性淡黄色結晶。

熱水、メタノール及びエタノールに可溶、ク

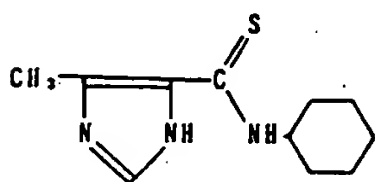
ロロホルムに不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.40 ~ 0.50  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3370(12), 3100(18), 3060(17), 2980(14),  
2940(7), 2850(13), 1585(32), 1507(10),  
1485(10), 1448(7), 1310(13), 1240(6),  
1127(23), 1110(21), 1003(15), 940(18),  
890(15), 838(30), 715(46)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.53, s, 1H (2位); 4.28, br. s, 2Hと  
3.64, br. s, 2H (夫々 α-メチレン);  
2.29, s, 3H (イミダゾールのメチル);  
1.75と 1.60, m, 6H (β-と γ-メチレン)

Mass: m/e 209(M<sup>+</sup>), 125(M<sup>+</sup>-アミン残基), 108, 84 (アミン残基)

4(5)-シクロヘキシル-チオカルバモイル-5(4)-  
メチルイミダゾール



m.p. 169~170 °C  
(メタノール)。  
中性淡黄色結晶。  
メタノール、エタノール

ル及びアセトンに易溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.80 ~ 0.90  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3350(30), 3120(34), 3070(35), 2990(42),  
2930(19), 2850(26), 1650(74), 1578(23),  
1506(11), 1425(38), 1377(24), 1332(31),  
1255(46), 1234(41), 1150(35), 1110(57),  
1090(50), 988(21), 952(56), 918(46),  
883(42), 818(61), 668(56)

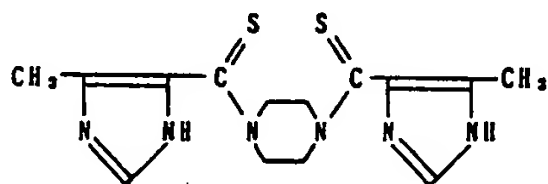
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.49, s, 1H (2位); 4.49, m, 1H (メチ  
ル); 2.66, s, 3H (イミダゾールのメチ  
ル); 2.07, d, 2H と 1.77, d と 1.70, d,  
計 2H と 1.50~1.25, m, 6H (シクロヘキ  
シル)

Mass: m/e 224(M<sup>+</sup> + 1), 223(M<sup>+</sup>), 190(M<sup>+</sup> - SH),

, s, 2H (夫々 N 隣接メチレン); 3.79, s,  
2H と 3.75, s, 2H (夫々 O 隣接メチレン);  
2.70, s, 3H (イミダゾールのメチル)

Mass: m/e 211(M<sup>+</sup>), 168(M<sup>+</sup> - SH), 125(M<sup>+</sup> - モル  
ホリン残基), 86 (モルホリン残基), 81(  
メチルイミダゾール残基)

N,N'-ビス-(4(5)-メチルイミダゾリル-5(4)-  
チオカルボニル)-ピペラジン



m.p. > 250 °C (メタノール)。

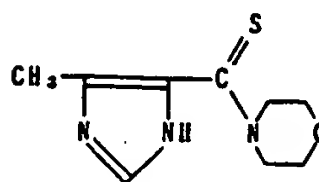
中性淡黄色結晶。

水に不溶、メタノールに難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.00 ~ 0.20  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3100(33), 2970(31), 2920(30), 2660(36),  
1584(41), 1495(34), 1463(28), 1425(20),  
1410(22), 1385(34), 1355(43), 1310(28),  
1267(29), 1240(40), 1215(11), 1160(37),

142, 141(チオカルバモイル-メチルイミ  
ダゾール), 126, 125(M<sup>+</sup> - アミン残基),  
108 (141-SH), 98 (アミン残基), 84~81  
, 69, 67, 55 ~ 53, 43 ~ 41, 39, 29, 28, 26

4(5)-(2',2'-オキシジエチレン)-チオカルバ  
モイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 75 ~ 79 °C (アセ  
トン)。

中性無色結晶。

水及びメタノールに易溶

、アセトン及びクロロホルムに可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.30 ~ 0.50  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3410(21), 3170(31), 3100(25), 3060(27),  
2970(19), 2920(22), 2850(18), 2620(41),  
1585(36), 1505(23), 1475(16), 1455(28),  
1435(15), 1390(40), 1310(21), 1300(26),  
1260(21), 1230(11), 1110(12), 1025(16),  
942(22), 865(30), 835(36), 715(58),  
675(63)

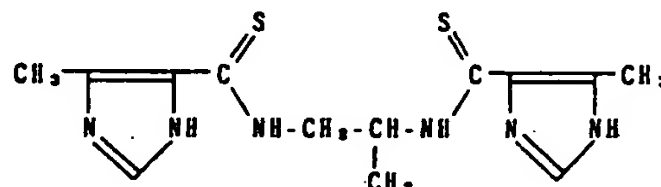
NMR(D<sub>2</sub>O): δ 7.63, s, 1H (2位); 4.36, s, 2H と 3.92

1110(46), 1060(50), 1040(44), 1025(40),  
998(29), 953(41), 923(42), 835(49),  
717(48), 685(67)

NMR(DMSO-d<sub>6</sub>): δ 12.28, s, 2H (イミダゾールのNH  
); 7.57, s, 2H (2位); 4.37, s と 4.17, s  
と 3.99, s, 計 8H (ピペラジン); 2.37  
, s, 6H (メチル)

Mass: m/e 334(M<sup>+</sup>), 213, 209, 169, 168, 167(M<sup>+</sup> / 2  
, 166, 134(M<sup>+</sup> / 2 - SH), 125(M<sup>+</sup> - ビペ  
ラジン残基), 108, 98, 97, 95, 85 ~ 81, 71  
~ 67, 57 ~ 54, 44 ~ 41, 29, 28, 26

N,N'-ビス-(4(5)-メチルイミダゾリル-5(4)-  
チオカルボニル)-1,2-プロパンジアミン



m.p. 115 ~ 117 °C (メタノール)。

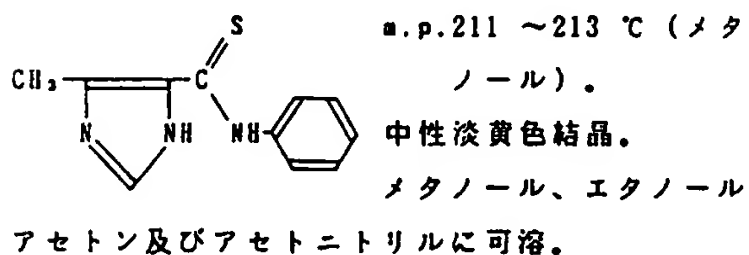
中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色): Rf 0.40 ~ 0.60  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3170(19), 3000(28), 2920(30), 2860(35),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1630(17), 1593(17), 1515(8), 1430(25),  
 1380(27), 1310(31), 1290(35), 1240(36),  
 1203(39), 1155(37), 1135(42), 1092(48),  
 1055(42), 965(46), 943(45), 910(41),  
 865(52), 825(41)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  7.52, s, 1H (2位); 7.45, s, 1H (2位);  
 4.48, 6重峰, 1H(アミンのメチン);  
 4.01, 2個のd, 1Hと3.86, 2個のd, 1H(メチレン);  
 2.62, s, 3Hと2.46, s, 3H(イミダゾールのメチル);  
 1.31, d, 3H(ジアミンのメチル)

4(5)-フェニルチオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 133 ~ 136 °C (水+メタノール)。

中性無色結晶。

メタノール及びアセトンに易溶、クロロホルムに可溶、水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色): Rf 0.75 ~ 0.85  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3150(13), 2980(17), 2910(21), 1660(49),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1600(46), 1570(18), 1525(10), 1500(17),  
 1490(17), 1445(26), 1420(21), 1375(22),  
 1330(25), 1310(25), 1230(29), 1150(42),  
 1115(35), 1085(24), 1025(42), 950(13),  
 915(23), 825(35), 715(30), 685(28)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  7.46, s, 1H (2位); 7.40 ~ 7.20, m,  
 5H (フェニル); 4.90, d(12Hz), 2H(メチレン);  
 2.63, d(11Hz), 3H(イミダゾールのメチル)

Mass: m/e 231( $\text{M}^+$ ), 197( $\text{M}^+ - \text{H}_2\text{S}$ ), 125( $\text{M}^+ - \text{アミン残基}$ ), 106( $\text{アミン残基}$ ), 91(ベンジル)

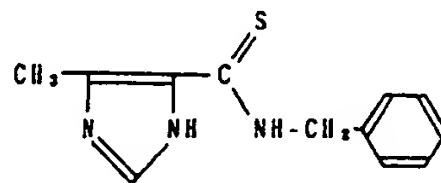
(以下余白)

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色): Rf 0.64 ~ 0.75  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3240(3), 3140(10), 2970(16), 1673(39),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1587(20), 1569(8), 1511(1), 1447(14),  
 1412(7), 1382(12), 1362(12), 1300(11),  
 1240(21), 1228(16), 1163(37), 1153(33),  
 1140(25), 1103(12), 1068(33), 1023(29),  
 1006(8), 963(38), 927(7), 909(24),  
 833(35), 821(37), 810(43), 770(27)

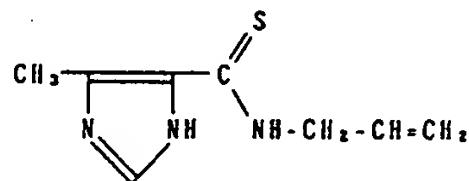
NMR( $\text{DMSO}-d_6$ ):  $\delta$  12.57, s, 1H (1位); 11.26, s, 1H  
 (カルバモイル); 7.90 ~ 7.20, m, 5H(フェニル);  
 7.69, s, 1H(2位); 2.66, s, 3H(メチル)

Mass: m/e 217( $\text{M}^+$ ), 184( $\text{M}^+ - \text{SH}$ ), 125( $\text{M}^+ - \text{アミン残基}$ ), 108, 93(アニリン), 77

4(5)-ベンジルチオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



4(5)-アリルチオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 101 ~ 102 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール及びアセトンに易溶、熱水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色): Rf 0.60 ~ 0.70  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3160(20), 2980(30), 2910(36), 1638(66),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1570(32), 1525(14), 1500(30), 1420(34),  
 1370(35), 1310(29), 1250(53), 1235(52),  
 1148(59), 1107(53), 1068(40), 980(62),  
 940(41), 915(28), 820(61), 770(62),  
 710(63)

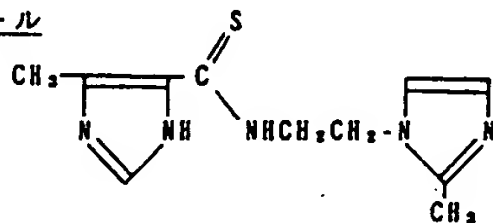
NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  7.49, s, 1H (2位); 5.91 ~ 6.06, m,  
 1H(メチン); 5.28, d(1.5Hz), d(7Hz),  
 1Hと5.17, d(1.5Hz), d(7Hz), 1H(末端ビ



ニル): 4.39, d(5Hz), 2H ( $\alpha$ -メチレン)  
): 2.66, s, 3H (メチル)

Mass: m/e 181( $M^+$ ), 166( $M^+$  - メチル), 148( $M^+$  - SH), 146, 125( $M^+$  - アミン残基), 108, 84, 81, 69, 67, 54, 45, 42, 41, 39, 28, 26

4(5)-(β-(2-メチルイミダゾリル-1)-エチル)-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 257℃ (メタノール)。中性淡黄色結晶。  
水及びアセトンに不溶、メタノール及びエタノールに難溶。

TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$ 発色):

Rf 0.50~0.60

KBr  
 $\nu_{cm^{-1}}$ : 3360(43), 3335(36), 3060(49), 2920(40), 2780(40), 2730(40), 2660(38), 2600(38), 2560(39), 1590(48), 1510(18), 1495(22).

m.p. 190~195℃ (水)。塩基性黄色結晶。  
水、アセトン及びクロロホルムに可溶、メタノールに易溶。

TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$ 発色):

Rf 0.60~0.80

KBr  
 $\nu_{cm^{-1}}$ : 3370(23), 3110(17), 2980(20), 2890(18), 2680(23), 2610(23), 1586(18), 1517(8), 1450(19), 1382(23), 1332(29), 1310(21), 1250(25), 1190(33), 1075(23), 1010(36), 975(26), 960(27), 927(28), 915(28), 826(31), 777(36), 725(48), 675(54)

NMR( $CD_3OD$ ):  $\delta$  7.60, d(1.1Hz), 1H (ヒスタミンの2位); 7.46, s, 1H(メチルイミダゾールの2位); 6.90, d(1.1Hz), 1H (ヒスタミンの4位); 4.00, t(7.2Hz), 2H ( $\alpha$ -メチレン); 3.00, t(7.2Hz), 2H ( $\beta$ -メチレン); 2.64, s, 3H(メチルイミダゾールのメチル) 但し、 $\alpha$ 、 $\beta$ 位はチオカルバモイルのNHを基点とする。

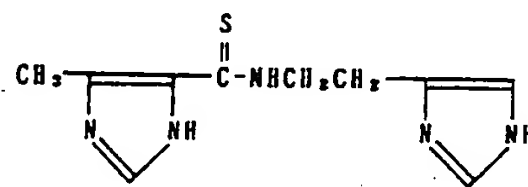
Mass: m/e 235( $M^+$ ), 201( $M^+$  -  $H_2S$ ), 125( $M^+$  - ヒ

1465(42), 1440(41), 1373(42), 1363(42), 1280(36), 1230(51), 1165(53), 1140(57), 1120(59), 1090(41), 1030(51), 980(53), 955(51), 925(51), 910(29), 850(60), 835(65), 735(58), 725(60)

NMR( $CD_3OD$ ):  $\delta$  7.46, s, 1H(2位); 7.01, s, 1H と 6.80, s, 1H(4と5位); 4.28, t(6.5Hz), 2H と 4.08, t(6.5Hz), 2H (エチレン); 2.65, s, 3H(4位メチル); 2.35, s, 3H(2位メチル)

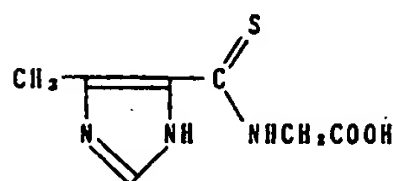
Mass: m/e 249( $M^+$ ), 216( $M^+$  - SH), 168, 167( $M^+$  - 2-メチルイミダゾール), 165, 134(167-SH), 125( $M^+$  - アミン残基), 109, 108, 83, 81, 54, 42~39, 28, 26

4(5)-(イミダゾリル-4)-エチル)-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



スタミン残基), 95 (ヒスタミン残基), 81 (メチルイミダゾール残基)

4(5)-カルボキシメチル-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 215~218℃ (メタノール) 分解。  
酸性無色結晶。  
メタノールに可溶、

水及びアセトンに難溶。

TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$ 発色):

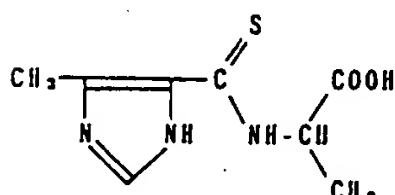
Rf 0.60~0.80

KBr  
 $\nu_{cm^{-1}}$ : 3280(13), 3120(28), 2960(35), 2840(32), 2760(32), 2640(33), 1600(17), 1500(8), 1410(12), 1260(17), 1220(21), 1125(20), 1075(30), 990(41), 915(58), 855(28), 820(28), 720(26), 655(18)

NMR( $CD_3OD$ ):  $\delta$  7.55, s, 1H(2位); 4.47, s, 2H(メチレン); 2.66, s, 3H(メチル)

Mass: m/e 199( $M^+$ ), 181( $M^+$  -  $H_2O$ ), 166( $M^+$  - SH), 125( $M^+$  - アミン残基), 81 (メチルイ

## ミダゾール残基)

4 (5) - (α-カルボキシエチル) -チオカルバモイル-5 (4) -メチルイミダゾール

m.p. 124℃ (分解)。

酸性黄色結晶。

水及びメタノールに

易溶、アセトンに不

溶。

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.57~0.70

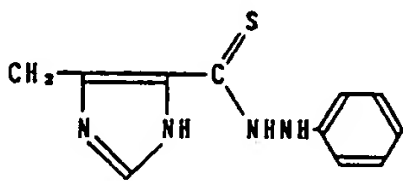
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3340(20), 2990(26), 2930(29), 1580(13),  
1510(14), 1450(20), 1415(18), 1365(21),  
1315(28), 1245(37), 1160(37), 1110(42),  
1070(42), 1040(47), 980(38), 935(46),  
910(38), 855(40), 770(40)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.50, s, 1H (2位); 4.98, q, 1H (α-  
メチン); 2.66, s, 3H (2位メチル); 1.55  
, d(7.3Hz), 3H (末端メチル)

Mass:m/e 213(M<sup>+</sup>), 195(M<sup>+</sup>-H<sub>2</sub>O), 167(M<sup>+</sup>-COO  
H+H), 125(M<sup>+</sup>-アミン残基)

## 4H(γ-メチレン)

Mass:m/e M<sup>+</sup> 出現せず, 279, 262, 209, 186, 125(M<sup>+</sup>-  
ジアミン残基), 108, 84, 82, 71, 69, 58~  
55, 45~39, 28

4 (5) - フェニルアミノ -チオカルバモイル-5 (4) -メチルイミダゾール

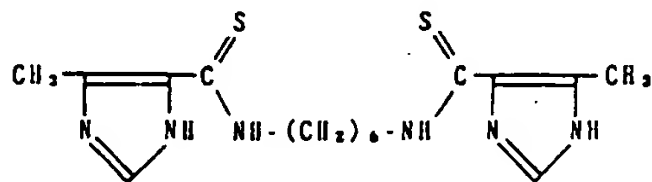
m.p. 176~177℃ (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール及びアセトンに可溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70 ~0.80

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3380(4), 3210(4), 3130(13), 1948(41),  
1860(46), 1700(58), 1595(12), 1572(11),  
1520(27), 1490(5), 1464(11), 1428(5),  
1411(8), 1385(16), 1365(22), 1330(22),  
1286(24), 1226(13), 1170(31), 1130(17),

N, N' -ビス- (4 (5) -メチルイミダゾリル-5 (4) -チオカルボニル) -ヘキサメチレンジアミン

m.p. 184~186℃ (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノールに可溶、水に不溶。

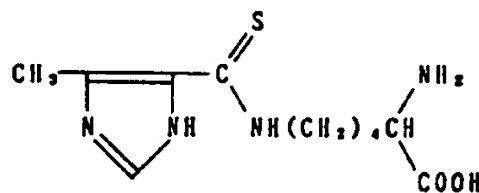
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.80 ~0.90

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3305(15), 3090(19), 2930(14), 2860(17),  
1660(48), 1584(13), 1516(8), 1433(20),  
1385(22), 1368(28), 1335(27), 1310(22),  
1300(22), 1385(26), 1240(25), 1220(25),  
1168(36), 1115(41), 1070(16), 975(29),  
960(28), 920(26), 825(46), 780(46),  
720(51)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.49, s, 2H (2位); 3.75, t(7Hz), 4H  
(α-メチレン); 2.65, s, 6H(メチル);  
1.75, m, 4H (β-メチレン); 1.48, m,

1090(11), 1073(20), 1020(40), 980(19),  
918(12), 887(31), 849(24), 832(44),  
755(14), 725(19), 685(15), 660(36),  
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.87, s, 1H (2位); 7.20, t(8Hz), 2H  
(フェニル); 6.98, d(8Hz), 2H (フェニ  
ル); 6.81, t(8Hz), 1H; 2.66, s, 3H (メチ  
ル)

Mass:m/e 232(M<sup>+</sup>), 198(M<sup>+</sup>-H<sub>2</sub>S), 125(M<sup>+</sup>-フ  
ェニルヒドラジン残基); 123, 108(フェニ  
ルヒドラジン), 93(アニリン), 92, 91, 85  
~81, 77, 71~65, 57, 55, 43~41, 39, 29,  
28, 27

4 (5) - (ε-カルボキシ-ε-アミノ-ペンチル) -チオカルバモイル-5 (4) -メチルイミダゾール

m.p. 238~240℃ (メタノール)。

弱塩基性淡黄色結晶。

水及びメタノールに可溶、エタノール及びアセトンに難溶。ニンヒドリン呈色陽性。

TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$  発色):

Rf 0.36~0.51

KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3310(41), 2930(31), 2860(33), 1610(33),  
 1580(24), 1510(24), 1442(44), 1400(33),  
 1350(35), 1320(38), 1300(43), 1284(46),  
 1261(49), 1240(49), 1181(55), 1146(50),  
 1110(50), 1063(54), 1028(52), 981(58),  
 942(56), 906(47), 860(56), 800(60),  
 723(58), 695(57)

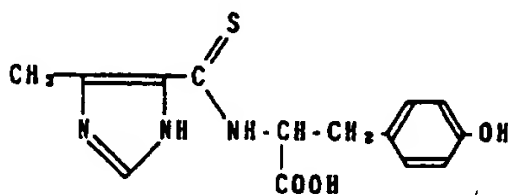
NMR( $D_2O$ ):  $\delta$  7.61, s, 1H (2位); 3.80~3.60, m, 3H(  
 $\alpha$ -および  $\epsilon$ -メチレン); 2.00~1.80,  
 m, 2H( $\delta$ -メチレン); 1.80~1.70, m,  
 2H( $\beta$ -メチレン); 1.51, m, 2H( $\gamma$ -メ  
 チレン)

Mass: m/e 270( $M^+$ ), 209( $M^+ - COOH - NH_2$ ), 196(209  
 $- CH$ ), 162, 143, 125( $M^+ - \text{アミン残基}$ ),  
 108, 84, 56, 41, 28

の d, 1H (メチレン); 2.17, s, 3H, (メチ  
 ル)

Mass: m/e 289( $M^+$ ), 271( $M^+ - H_2O$ ), 180(271-ベ  
 ンジル), 125( $M^+ - \text{アミン残基}$ ),  
 91 (ベンジル)

4(5)-(  $\alpha$ -(p-ヒドロキシ)-ベンジル- $\alpha$ -  
 カルボキシメチル)-チオカルバモイル-5(4)-  
 メチルイミダゾール



m.p. 162~164 °C (水+メタノール) 分解。

酸性黄色結晶。

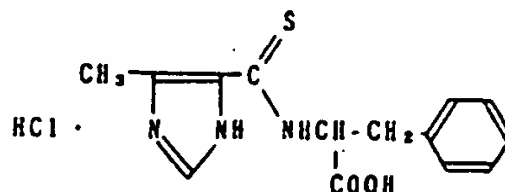
ジメチルスルホキシドに易溶、メタノールに可溶、  
 水に難溶。

TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$  発色):

Rf 0.65~0.85

KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3200(11), 3010(13), 2920(15), 2820(17),  
 2700(18), 1610(11), 1530(9), 1510(8),

4(5)-(  $\alpha$ -ベンジル- $\alpha$ -カルボキシメチル)-  
 チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール  
 ・塩酸塩



m.p. 131~135 °C (水)。酸性黄色結晶。

水及びメタノールに易溶、アセトンに難溶。

TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$  発色):

Rf 0.65~0.76

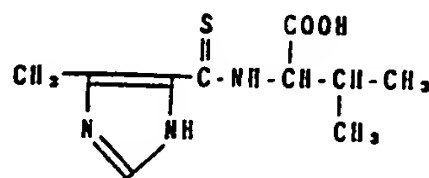
KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 3460(32), 3180(11), 3130(11), 3020(11),  
 2890(13), 1710(11), 1620(27), 1535(20),  
 1520(20), 1480(33), 1445(34), 1382(16),  
 1300(29), 1210(18), 1190(21), 1130(39),  
 1100(28), 960(41), 925(40), 907(43),  
 860(27), 732(29), 687(21)

NMR( $CD_3OD$ ):  $\delta$  8.78, s, 1H (2位); 7.29, m, 5H(フェ  
 ニル); 5.40, q, 1H(フェニルアラニンの  
 メチン); 3.50, 2個の d, 1H, と 3.20, 2個

1460(13), 1365(7), 1310(11), 1250(8),  
 1190(15), 1170(18), 1090(20), 980(26),  
 965(22), 860(20), 805(14), 740(17),  
 715(21), 650(22)

NMR( $DMSO-d_6$ ):  $\delta$  12.4, s, 1H(イミダゾールのNH);  
 9.40, d(8H), 1H(チオカルバモイル  
 のNH); 9.20, s, 1H(フェノールのOH);  
 7.58, s, 1H(2位); 6.90, d, 2H と 6.50,  
 d, 2H (フェニルプロトン); 5.20, q,  
 1H, (チロシンのメチン); 3.10, m,  
 2H(メチレン); 2.61, s, 3H(メチル)  
 Mass: m/e 305( $M^+$ ), 287( $M^+ - H_2O$ ), 181(チロシ  
 ン), 125( $M^+ - \text{アミン残基}$ ), 107(ヒド  
 ロキシベンジル)

4(5)-(  $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -メチル- $\gamma$ -プロピル  
 )-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾ  
 ル



弱酸性淡黄色結晶。

水、メタノール、エタノール及びアセトンに可溶、クロロホルムに不溶。

(硫酸塩: m.p. 199~201 °C (メタノール))。

TLC(シリカ, エタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.44~0.62

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 2960(60), 1708(66), 1576(58), 1510(55),  
1390(58), 1310(64), 1240(69), 1176(69),  
1150(69), 1108(71), 1080(72), 1050(72),  
973(71), 920(71), 897(72), 833(74),  
765(75)

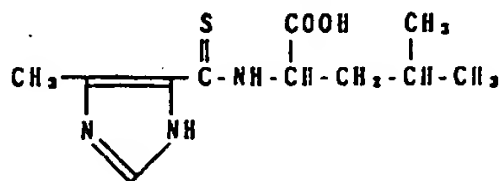
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.49, s, 1H(2位); 5.09, d(5Hz), 1H  
(α-メチン); 2.67, s, 3H(4位メチル);  
2.50~2.30, m, 1H(β-メチン); 1.08, d(7Hz), 3H  
と 1.03, d(7Hz), 3H(末端メチル)

Mass: m/e 241(M<sup>+</sup>), 162, 141(チオカルバモイルメ  
チルイミダゾール), 125(M<sup>+</sup>-アミン  
残基), 108, 55, 42

メチル); 2.14, m, 1H(β-メチン); 1.69~  
1.13, m, 2H(γ-メチレン); 1.08~0.92, m,  
.6H(末端メチル)

Mass: m/e 255(M<sup>+</sup>), 222(M<sup>+</sup>-SH), 199(M<sup>+</sup>-イソ  
ブチル), 125(M<sup>+</sup>-アミン残基)

4(5)-(α-カルボキシ-γ-メチル-ブチル)-  
チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 194~197 °C (エタノール) 分解。

酸性無色結晶。

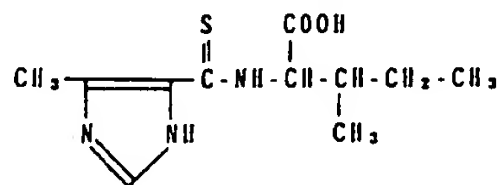
メタノールに易溶、エタノール及びアセトンに可  
溶、水に難溶。

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.65~0.75

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3410(32), 3240(33), 3160(37), 2960(24),  
2930(34), 2870(37), 1700(31), 1585(28),  
1510(19), 1440(29), 1390(31), 1355(22),

4(5)-(α-カルボキシ-β-メチル-ブチル)-  
チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾール



m.p. 186~188 °C (エタノール) 分解。

酸性無色結晶。

熱水に可溶、メタノール及びアセトンに易溶、ク  
ロロホルムに難溶。

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.60~0.80

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3410(41), 3220(42), 2960(39), 2920(45),  
2870(48), 1700(40), 1575(39), 1510(28),  
1490(28), 1435(34), 1385(42), 1350(38),  
1330(31), 1245(35), 1220(39), 1155(38),  
1105(37), 1050(50), 975(48), 925(50),  
830(60), 775(58)

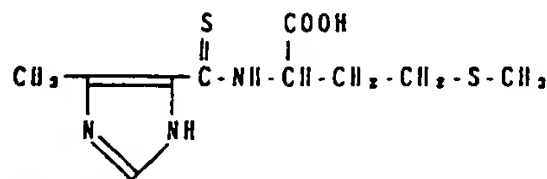
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.52, s, 1H(2位); 5.22~5.36, m,  
1H(α-メチン); 2.65, d(0.9Hz), 3H(4位

1335(20), 1270(29), 1245(25), 1170(27),  
1110(28), 1080(33), 1030(38), 980(36),  
840(40), 705(40)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.56, s, 1H(2位); 5.29~5.24, m,  
1H(α-メチン); 2.66, s, 3H(5位メチル);  
1.95~1.71, m, 3H(β-メチレンとγ-  
メチン); 1.01~0.95, m, 6H(末端メチル  
)

Mass: m/e 255(M<sup>+</sup>), 222(M<sup>+</sup>-SH), 199(M<sup>+</sup>-イソ  
ブチル残基), 125(M<sup>+</sup>-アミン残基)

4(5)-(α-カルボキシ-γ-チオメチル-プロ  
ピル)-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダ  
ゾール



弱酸性結晶性固体(潮解性)。

水、メタノール、エタノール及びアセトンに可溶  
、クロロホルムに難溶。

( 蔭酸塩 : m.p. 163~165 °C ( メタノール ) ) .

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.69~0.80

液膜  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3400(28), 2990(39), 2910(42), 1580(31),  
1510(34), 1435(40), 1390(35), 1310(42),  
1242(52), 1170(56), 1095(54), 1030(62),  
970(54), 920(52), 865(54)

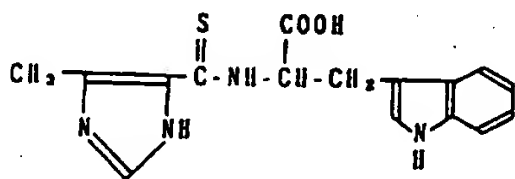
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.48, s, 1H( 2位); 5.02, t(6Hz), 1H  
( α- メチン ); 2.66, s, 3H( 4位メチル );  
2.60 ~ 2.50, m, 2H( γ- メチレン ); 2.50  
~ 2.10, m, 2H( β- メチレン ); 2.06, s,  
3H( チオメチル )

Mass: m/e M<sup>+</sup> ( 出現せず ), 255( M<sup>+</sup> - H<sub>2</sub>O ), 194(  
M<sup>+</sup> - S-SCH<sub>3</sub> ), 181( M<sup>+</sup> - COOH-SCH<sub>3</sub> ), 12  
5( M<sup>+</sup> - アミン残基 ), 109, 97, 81, 69, 61,  
57, 47

4(5) - [ α-カルボキシ-β-イミダゾリル-(4)  
]-チオカルバモイル-5(4)-メチルイミダゾー  
ル

181, 165, 125( M<sup>+</sup> - アミン残基 ), 109,  
107, 82, 81, 44, 34

4(5) - [ α-カルボキシ-β-インドール(3)  
-メチル ] -チオカルバモイル-5(4)-メチルイ  
ミダゾール



m.p. 160 °C ( メタノール ) 分解。

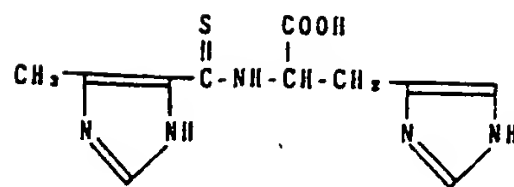
酸性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、アセトン及び  
ジメチルスルホキシドに易溶、水に不溶。

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.65 ~ 0.77

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3340(21), 3140(24), 2920(26), 1710(35),  
1590(18), 1505(16), 1455(23), 1435(23),  
1385(19), 1350(22), 1340(21), 1280(26),  
1230(27), 1145(31), 1095(30), 1010(37),  
900(34), 855(38), 735(25)



塩基性黄色結晶( 潮解性 ) .

水、メタノール及びエタノールに可溶、アセトン  
に不溶。

( 蔭酸塩 : m.p. > 250 °C ( メタノール ) ) .

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.50 ~ 0.57

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3330(37), 1590(31), 1510(34), 1426(43),  
1390(37), 1315(46), 1188(58), 1100(54),  
985(59), 967(58), 933(57), 900(55),  
820(55)

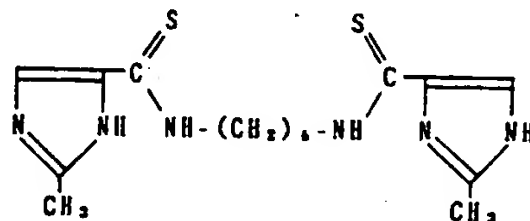
NMR(D<sub>2</sub>O): δ 8.58, s, 1H( 2位 ); 7.99, s, 1H( 2位 );  
7.28, s, 1H( 4位 ); 5.30 ~ 5.20, m, 1H( α-  
メチン ); 3.60 ~ 3.30, m, 2H( β- メチ  
レン ); 2.51, s, 3H( 4位メチル )

Mass: m/e M<sup>+</sup> ( 出現せず ), 261( M<sup>+</sup> - H<sub>2</sub>O ), 259,  
229(261-S), 199( M<sup>+</sup> - イミダゾール ),

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.47, d(1.7Hz), 1H(2位); 7.55~6.  
88, m, 5H(インドール); 5.47, t(5.6Hz),  
1H( α- メチン ); 3.99~3.61, m, 2H(メ  
チレン); 2.60, d(0.5Hz), 3H( メチル )

Mass: m/e M<sup>+</sup> ( 出現せず ), 308( M<sup>+</sup> - H<sub>2</sub>O + 2H ), 246  
( M<sup>+</sup> - メチルイミダゾール残基 ), 125  
( M<sup>+</sup> - アミン残基 ), 117(インドール)

N,N'-ビス-( 2-メチルイミダゾリル-4 ) -  
チオカルボニル-ヘキサメチレンジアミン



m.p. 219~220 °C ( メタノール ) .

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール及びアセトンに可溶。水  
に不溶。

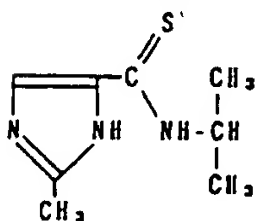
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70~0.80  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3395(36), 3140(35), 3060(36), 2930(32),

1565(34), 1540(26), 1497(38), 1460(39),  
1385(35), 1326(39), 1282(51), 1100(37),  
1076(50), 1060(50), 1030(39), 915(55),  
893(50), 816(59), 790(61), 713(61)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.62, s, 2H (5位); 3.77, t(7Hz), 4H  
( $\alpha$ -メチレン); 2.36, s, 6H(メチル);  
1.76, m, 4H ( $\beta$ -メチレン); 1.48, m,  
4H( $\gamma$ -メチレン)

Mass: m/e 364( M<sup>+</sup> ), 331( M<sup>+</sup> -SH), 239, 222, 190,  
.166, 125( M<sup>+</sup> - アミン残基), 108, 98,  
.97, 95, 83, 81, 71, 69, 67, 57, 55, 43, 41

4-(イソプロピル-2')-チオカルバモイル  
-2-メチルイミダゾール



m.p. 191~193 °C (メタノール)。

中性無色結晶。

メタノール、エタノール及  
びアセトンに可溶。水に難  
溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.69~0.77

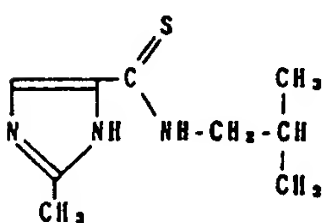
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.80~0.90

KBr  
 $\nu$   
cm<sup>-1</sup>: 3320(51), 3150(34), 3080(35), 2960(39),  
2930(44), 2870(51), 1567(32), 1545(32),  
1515(43), 1465(60), 1440(47), 1390(47),  
1335(49), 1225(68), 1110(54), 1075(54),  
1045(62), 1005(55), 900(60), 890(65),  
780(66), 720(58), 650(52)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.64, s, 1H (5位); 3.75, t(7.3Hz),  
2H( $\alpha$ -メチレン); 2.36, s, 3H(2位メチ  
ル); 1.70, m, 2H( $\beta$ -メチレン); 1.43, m,  
2H( $\gamma$ -メチレン); 0.98, t(7.3Hz), 3H(  
末端メチル)

Mass: m/e 197( M<sup>+</sup> ), 164( M<sup>+</sup> -SH), 141( M<sup>+</sup> - プ  
チル基), 125( M<sup>+</sup> - アミン残基)

4-イソブチルチオカルバモイル-2-メチルイ  
ミダゾール



m.p. 104~106.5 °C  
(メタノール)。

中性無色結晶。

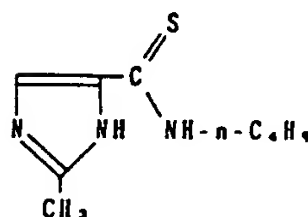
メタノール、アセトン及

KBr  
 $\nu$   
cm<sup>-1</sup>: 3300(22), 3155(23), 3075(23), 2975(28),  
1565(20), 1547(27), 1520(28), 1455(43),  
1401(35), 1382(24), 1365(42), 1336(33),  
1320(44), 1301(48), 1290(46), 1222(50),  
1173(37), 1123(52), 1101(40), 1050(31),  
1007(44), 970(50), 903(47), 820(44),  
788(50), 722(41), 691(60), 659(31)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.64, s, 1H (5位); 4.76, 2ヶのq(7  
Hz), 1H(イソプロピルのメチン); 2.36, s,  
3H(2位メチル); 1.31, d(7Hz), 6H(末  
端メチル)

Mass: m/e 183( M<sup>+</sup> ), 126( M<sup>+</sup> - アミン残基+H)  
, 108, 58

4-n-ブチルチオカルバモイル-2-メチルイ  
ミダゾール



m.p. 114~116 °C (水)

中性無色結晶。

メタノール、エタノール  
、アセトン及びクロロホ  
ルムに易溶、熱水に可溶。

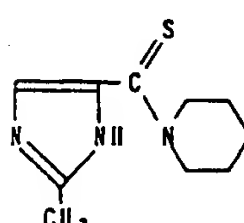
びクロロホルムに易溶、水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.72~0.87  
KBr  
 $\nu$   
cm<sup>-1</sup>: 3440(10), 3160(10), 3110(10), 2960(12),  
2920(18), 2870(22), 1565(6), 1550(6),  
1510(10), 1460(27), 1395(15), 1380(12),  
1330(17), 1290(22), 1260(32), 1160(42),  
1115(33), 1100(32), 1065(13), 1010(20),  
885(22), 780(45), 720(33), 670(38)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.65, s, 1H (5位); 3.60, d(7.0Hz),  
2H( $\alpha$ -メチレン); 2.37, s, 3H(2位メチ  
ル); 2.18~2.03, m, 1H( $\beta$ -メチン); 1.00  
d(6.6Hz), 6H(末端メチル)

Mass: m/e 197( M<sup>+</sup> ), 164( M<sup>+</sup> -SH), 141( M<sup>+</sup> - イ  
ソブチル基), 125( M<sup>+</sup> - アミン残基), 81

4-(1',5'-ペンタメチレン)-チオカルバ  
モイル-2-メチルイミダゾール



m.p. 157~159 °C (水)。

中性黄色結晶。

水、メタノール、エタノー  
ル、アセトン及びクロロホ

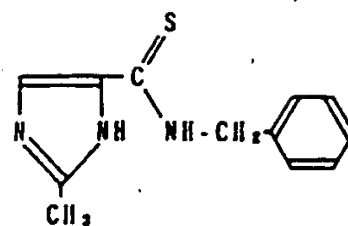
ルムに可溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色) : Rf 0.50~0.60  
 $\nu_{\text{KBr}}$  : 3150(44), 3040(39), 2925(26), 2890(31),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 2845(34), 2760(42), 2660(49), 1570(51),  
 1530(35), 1465(27), 1450(35), 1440(27),  
 1422(35), 1390(51), 1321(36), 1270(56),  
 1257(37), 1220(27), 1213(20), 1153(67),  
 1126(29), 1107(40), 1061(59), 1035(55),  
 1017(36), 995(30), 940(49), 884(62),  
 841(50), 795(57), 785(45), 681(68),  
 650(61)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) :  $\delta$  7.23, s, 1H (5位); 4.23, br. m, 2Hと  
 3.98, br. m, 2H (1'と5'のメチレン); 2.36  
 , s, 3H(メチル); 1.75, br. m, 6H((中間メチ  
 レン)

Mass: m/e 209 ( $\text{M}^+$ ), 125 ( $\text{M}^+$  - アミン残基), 84  
 (ピペリジン-H)

4-ベンジルチオカルバモイル-2-メチルイミ  
 ダゾール



m.p. 104~107 °C (エタ  
 ノール)。

中性無色結晶。

メタノール、エタノール  
 、アセトン及びクロロホ

ルムに易溶、水に不溶。

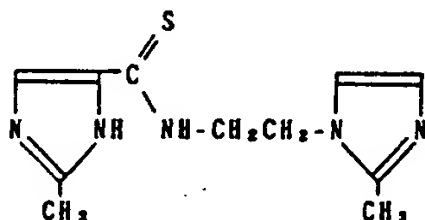
TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色) : Rf 0.65~0.80  
 $\nu_{\text{KBr}}$  : 3380(20), 3250(21), 3160(23), 3040(19),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 2900(20), 2800(24), 2660(30), 1602(50),  
 1570(20), 1545(9), 1510(15), 1455(29),  
 1385(18), 1330(21), 1230(38), 1115(26),  
 1092(20), 1067(19), 1025(32), 950(35),  
 890(24), 735(32), 692(19)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) :  $\delta$  7.67, s, 1H (5位); 7.40~7.22, m,  
 5H(フェニル); 4.98, s, 2H(メチレン);  
 2.34, s, 3H(メチル)

Mass: m/e 231 ( $\text{M}^+$ ), 197 ( $\text{M}^+$  -  $\text{H}_2\text{S}$ ), 126 ( $\text{M}^+$  -  
 アミン残基), 106(ベンジルアミン残基),  
 91

(以下余白)

4-( $\beta$ -(2-メチルイミダゾリル-1)-エ  
 チル)-チオカルバモイル-2-メチルイミダゾ  
 ール



m.p. 206~207 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水及びアセト  
 ンに不溶。

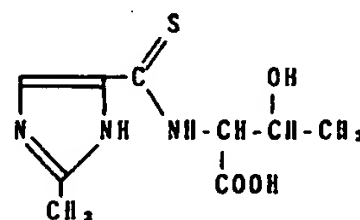
TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$ 発色) : Rf 0.40~0.50  
 $\nu_{\text{KBr}}$  : 3300(27), 3170(42), 3110(38), 3040(32),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 2920(28), 2740(28), 2650(30), 2530(38),  
 1706(29), 1580(42), 1545(13), 1495(20),  
 1465(40), 1420(30), 1380(43), 1335(32),  
 1296(30), 1278(30), 1225(37), 1168(61),  
 1140(42), 1120(26), 1093(32), 1033(40),  
 1005(34), 980(47), 900(32), 825(50),

730(38), 680(54), 670(49)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) :  $\delta$  7.62, s, 1H(2-メチルイミダゾール  
 の4位); 7.00, d(1.5Hz), 1Hと6.80, d(  
 1.5Hz), 1H(4と5位); 4.30, t(6Hz), 2Hと  
 4.07 t(6Hz), 2H(エチレン); 2.34, s, 6H(メ  
 チル)

Mass: m/e 250 ( $\text{M}^+$  +1), 249 ( $\text{M}^+$ ), 216 ( $\text{M}^+$  -SH)  
 , 168, 167 ( $\text{M}^+$  -2メチルイミダゾール),  
 166, 134(167-SH), 125 ( $\text{M}^+$  -アミン残  
 基), 109, 108, 83, 54, 42, 41, 28, 27

4-( $\alpha$ -カルボキシ- $\beta$ -ヒドロキシプロピル  
 )-チオカルバモイル-2-メチルイミダゾール



m.p. 148~150 °C (メタノール)。

中性無色結晶。

水及びメタノールに可溶、アセトンに難溶。

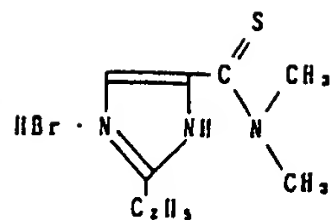
TLC(シリカ, メタノール,  $I_2$ 発色) :

Rf 0.60~0.77

KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3460(8), 3385(11), 3325(4), 3240(6),  
 3135(13), 2990(22), 2970(15), 2930(21),  
 1640(10), 1603(1), 1571(9), 1550(7),  
 1500(8), 1440(17), 1380(5), 1331(19),  
 1280(36), 1241(43), 1216(44), 1200(41),  
 1158(22), 1120(29), 1108(16), 1090(25),  
 1076(22), 1051(13), 1021(33), 1011(35),  
 1000(42), 950(50), 933(52), 894(23),  
 854(32), 823(40), 778(25), 760(35),  
 722(32), 710(30), 700(29), 670(22),  
 655(22)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  7.65, s, 1H(5位); 5.10, d(3Hz), 1H  
 ( $\alpha$ -メチン); 4.5~4.4, m, 1H( $\beta$ -  
 メチン); 2.37, s, 3H(2位メチル); 1.  
 20, d(7Hz), 3H(末端メチル)

4-ジメチル-チオカルバモイル-2-エチルイ  
 ミダゾール・HBr塩



m.p. 214~217 °C エ  
 (エタノール)。

酸性淡黄色結晶。

水、メタノール及びエタ  
 ノールに易溶。アセトン  
 に可溶。

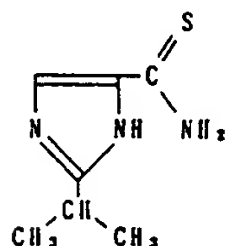
TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色) : Rf 0.52~0.62

KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3060(27), 2920(17), 2820(13), 2755(17),  
 2650(27), 1616(28), 1550(25), 1520(25),  
 1450(45), 1390(36), 1380(40), 1340(46),  
 1303(30), 1290(32), 1125(36), 1072(37),  
 1060(45), 947(58), 862(36), 835(35),  
 800(56), 675(64)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  7.71, d(2.5Hz), 1H(5位); 3.55, s,  
 3Hと3.52, s, 3H(アミンのメチル);  
 3.00, q(7.4Hz), 2H( $\alpha$ -メチレン);  
 1.41, t(7.6Hz), 3H(末端メチル)

Mass: m/e 183( $\text{M}^+$ ), 140( $\text{M}^+ - \text{SH}$ ), 139( $\text{M}^+ -$   
 アミン残基), 95(2-エチルイミダゾール  
 残基)

4-チオカルバモイル-2-イソプロピルイミダ  
 ゴール



m.p. 186~188 °C(水)。

中性淡黄色結晶。

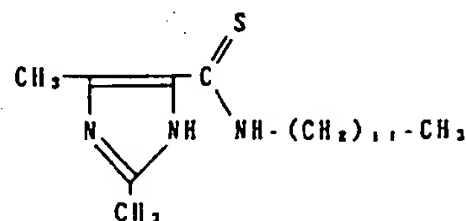
熱水、メタノール及びエタ  
 ノールに可溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色) : Rf 0.72~0.80  
 KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3270(19), 3150(13), 3090(15), 2970(23),  
 1645(30), 1544(19), 1458(39), 1400(16),  
 1352(21), 1331(17), 1293(37), 1230(39),  
 1189(40), 1173(43), 1100(20), 1050(40),  
 996(24), 976(55), 871(44), 863(32),  
 847(22), 818(48), 765(49), 703(42),  
 690(44), 672(52)

NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  7.74, s, 1H(5位); 3.04, 2個のq  
 (7Hz), 1H(イソプロピルのメチン);  
 1.31, d(7Hz), 6H(末端メチル)

Mass: m/e 169( $\text{M}^+$ ), 136( $\text{M}^+ - \text{SH}$ ), 120, 110(イ  
 ミダゾール), 94, 67, 60, 41

4(5)-n-ドデシル-チオカルバモイル-2  
 ,5(4)-ジメチルイミダゾール



m.p. 49~51 °C(アセトニトリル)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール、アセトン及びクロロホ  
 ルムに可溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン,  $I_2$ 発色) : Rf 0.78~0.88

KBr  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3180(25), 3110(24), 2925(18), 2855(22),  
 1588(34), 1532(30), 1463(40), 1392(37),  
 1380(39), 1345(41), 1294(44), 1235(49),  
 1181(50), 1160(49), 1064(45), 1030(43),  
 940(44), 870(55), 758(56), 734(55),  
 715(55)

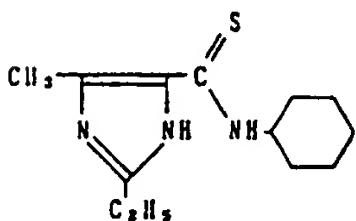
NMR( $\text{CD}_3\text{OD}$ ):  $\delta$  3.70, t(7Hz), 2H( $\alpha$ -メチレン);  
 2.60, s, 3H(2位メチル); 2.30, s, 3H(4



位メチル): 1.70, 2個の t (7Hz), 2H ( $\beta$ -メチレン): 1.28, s, 18H (中間メチレン): 0.89, t (7Hz), 3H (末端メチル)

Mass: m/e 323 ( $M^+$ ), 290 ( $M^+ - SH$ ), 184 (アミン残基), 169 (ドデシル), 155, 140, 139 ( $M^+ -$ アミン残基), 122, 97, 83, 69, 57, 55, 43, 41

4 (5) - シクロヘキシルチオカルバモイル - 2 - エチル - 5 (4) - メチルイミダゾール



m.p. 144~145 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水に不溶。

TLC (シリカ, アセトン,  $I_2$  発色): Rf 0.80~0.90  
 $\nu_{KBr}$ : 3180(19), 3140(21), 2930(20), 2850(30), 1582(27), 1545(21), 1515(20), 1448(34), 1390(31), 1380(32), 1370(30), 1350(28), 1335(30), 1330(34), 1310(41), 1253(44), 1243(48), 1150(43), 1103(42), 1065(50),

m.p. 173~175 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水に不溶。

TLC (シリカ, アセトン,  $I_2$  発色): Rf 0.80~0.90  
 $\nu_{KBr}$ : 3210(42), 3040(25), 2970(22), 1630(25), 1596(11), 1540(59), 1497(16), 1450(40), 1430(50), 1410(42), 1375(42), 1308(52), 1272(53), 1245(44), 1215(53), 1170(24), 1160(20), 1128(55), 1090(48), 1055(38), 1030(59), 948(41), 885(54), 870(53), 850(58), 742(19), 683(36)

NMR ( $CD_3OD$ ):  $\delta$  7.18, t (7Hz), 2H と 7.01, d (8Hz), 2H と 6.74, t (7Hz), 1H (いずれもフェニル): 2.84, q (8Hz), 2H ( $\alpha$ -メチレン): 2.61, s, 3H (4位メチル): 1.33, t (8Hz), 3H (末端メチル)

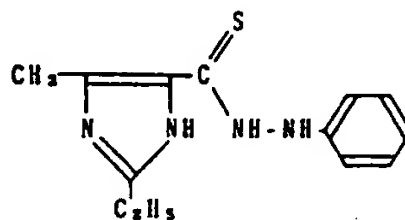
Mass: m/e 260 ( $M^+$ ), 227 ( $M^+ - SH$ ), 226, 184, 153 ( $M^+ - NHNHC_6H_5$ ), 125, 108 ( $NH_2NHC_6H_5$ ), 81, 77, 69, 57 ~ 54, 51, 45 ~ 41, 39, 29, 28, 26

1016(47), 990(27), 936(42), 888(49), 881(48), 705(57), 662(57)

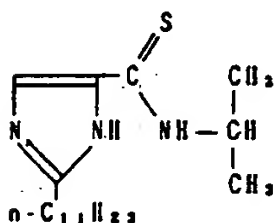
NMR ( $CD_3OD$ ):  $\delta$  4.47, m, 1H (シクロヘキシルのメチン): 2.67, q, 2H (2位メチレン): 2.62, s, 3H (4位メチル): 2.04-2.07, d と 1.77, d と 1.68, d と 1.40, d, d, 10H (シクロヘキシルのメチレン): 1.27, t, 3H (2位末端メチル)

Mass: m/e 251 ( $M^+$ ), 217 ( $M^+ - H_2S$ ), 169 (チオカルバモイル - 2 - エチル - 4 - メチルイミダゾール), 154, 153 ( $M^+ -$ アミン残基), 152, 136, 98 (アミン残基), 81, 69, 55 ~ 26

4 (5) - フェニルアミノチオカルバモイル - 2 - エチル - 5 (4) - メチルイミダゾール



4 - イソプロピルチオカルバモイル - 2 - ウンデシルイミダゾール



m.p. 43~44 °C

(n-ヘキサン)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール、クロロホルム及びアセトンに可溶、水に不溶。

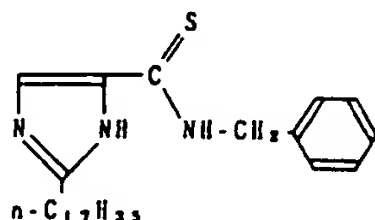
TLC (シリカ, アセトン,  $I_2$  発色): Rf 0.80~0.87  
 $\nu_{KBr}$ : 3160(29), 2930(28), 2860(30), 1567(40), 1536(40), 1511(43), 1462(45), 1390(40), 1338(47), 1170(49), 1120(54), 1100(49), 1031(47), 970(55), 905(56), 820(56), 765(60), 713(61), 680(56)

NMR ( $CDCl_3$ ):  $\delta$  8.68, br. s, 1H (チオカルバモイルのNH): 7.66, s, 1H (5位): 4.82, q (7Hz), q (7Hz), d (13Hz), 1H (イソプロピルのメチン): 2.67, t (7Hz), 2H (長鎖の $\alpha$ -メチレン): 1.69, 2個の t (7Hz), 2H ( $\beta$ -メチレン): 1.34, d (7Hz), 6H (イソプロピ

ルの末端メチル): 1.26, s, 16H (中間メチレン); 0.88, t (7Hz), 3H (長鎖末端メチル)

Mass: m/e 323 (M<sup>+</sup>), 266, 183, 141, 125 (M<sup>+</sup> - アミン残基), 107, 71, 57

4-ベンジルチオカルバモイル-2-ヘプタデシルイミダゾール



m.p. 34~37°C. 中性黄褐色ワックス状固体。  
メタノール、アセトン及びクロロホルムに易溶、  
水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.86~0.93  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 2920(18), 2850(23), 1560(44), 1545(42),  
1465(45), 1452(45), 1390(48), 1335(49),  
1160(56), 1100(54), 1065(57), 1020(57),  
960(63), 890(60), 710(61), 690(64)

可溶、水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.75~0.85  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3160(49), 3080(43), 2970(25), 2930(15),  
2860(22), 1720(36), 1650(33), 1565(37),  
1480(23), 1435(35), 1380(48), 1330(43),  
1265(24), 1235(24), 1215(30), 1110(26),  
1030(32), 865(45), 715(51), 698(45)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 4.28, s と 3.76, s, 8H (アミンのメチレン); 2.88, t (7.6Hz), 2H (長鎖α-メチレン); 2.29, s, 3H (4位メチル); 1.77, s, 2H (長鎖β-メチレン); 1.29, s, 16H (中間メチレン); 0.89, t (7.0Hz), 3H (末端メチル)

Mass: m/e 365 (M<sup>+</sup>), 332 (M<sup>+</sup> - SH), 280 (M<sup>+</sup> - アミン残基), 225 (M<sup>+</sup> - C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>)

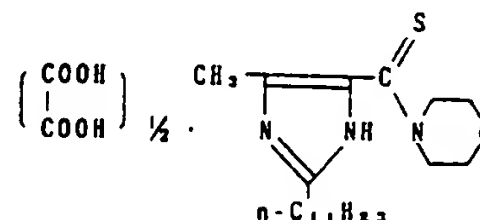
4-n-プロピルチオカルバモイル-2-フェニルイミダゾール

(以下余白)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.79, s, 1H (5位); 7.40~7.20, m, 5H (フェニル); 4.99, s, 2H (ベンジルのメチレン); 2.86, t (7.5Hz), 2H (長鎖α-メチレン); 1.75, s, 2H (長鎖β-メチレン); 1.28, s, 28H (中間メチレン); 0.89, t (7Hz), 3H (末端メチル)

Mass: m/e 455 (M<sup>+</sup>), 422 (M<sup>+</sup> - SH), 364 (M<sup>+</sup> - ベンジル), 91 (ベンジル), 82 (イミダゾール残基)

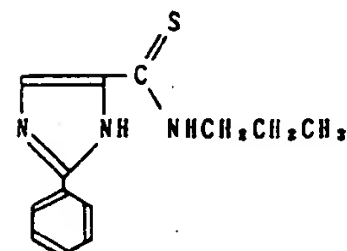
4(5)-(β, β'-オキシジエチレン)-チオカルバモイル-2-ウンデシル-5(4)-メチルイミダゾール・硫酸塩



m.p. 155~158 °C (メタノール)。

酸性黄色結晶。

メタノール及びエタノールに易溶、熱アセトンに



m.p. 90~92°C

(メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール及びアセトン  
ニトリルに可溶。

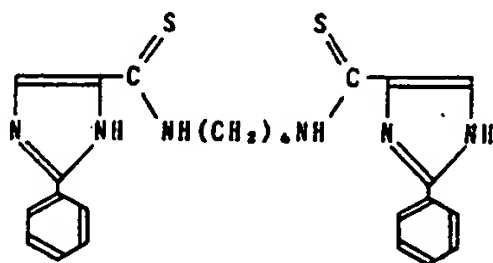
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.85~0.90  
KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub>: 3335(45), 3170(35), 2965(41), 2940(45),  
2880(48), 1567(38), 1540(37), 1508(35),  
1483(47), 1473(48), 1452(41), 1406(45),  
1402(45), 1350(50), 1316(56), 1277(62),  
1145(64), 1112(45), 1070(52), 1048(54),  
947(59), 916(53), 880(51), 768(46),  
685(43), 666(40)

NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.91~7.94, d, 2H と 7.38~7.49, m, 3H (フェニル); 7.86, s, 1H (5位); 3.76, t (7Hz), 2H (α-メチレン); 1.77, 6 重線, 2H (β-メチレン); 1.01, t, 3H (末端メチル)

Mass: m/e 245 (M<sup>+</sup>), 212 (M<sup>+</sup> - SH), 203, 188 (M<sup>+</sup> - アミン残基), 170, 161, 144, 143, 116,

104.97, 83.81, 77.69, 68. .... 26

N, N' -ビス (2-フェニルイミダゾリル-4)  
-チオカルボニル-ヘキサメチレンジアミン



m.p. 110~112 °C (メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、アセトニトリル及び水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色) : Rf 0.80~0.85
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3330(46), 3220(47), 2930(46), 2855(51),

1564(46), 1534(44), 1500(50), 1482(49),

1451(48), 1400(49), 1340(45), 1250(63),

1178(65), 1125(56), 1100(59), 1024(56),

1012(55), 945(67), 910(66), 896(61),

805(66), 766(63), 676(48)

NMR(CD<sub>3</sub>OD) :  $\delta$  7.91~7.95, m, 4H と 7.36~7.49, m

2870(32), 1573(23), 1532(20), 1515(20),

1487(30), 1450(22), 1393(28), 1333(23),

1290(29), 1240(37), 1152(46), 1100(38),

1060(27), 1021(42), 960(28), 937(33),

908(53), 877(49), 762(25), 736(48),

680(16)

NMR(CDCI<sub>3</sub>) :  $\delta$  9.86, br. s, 1H (イミダゾールのNH)

); 9.30, br. s, 1H (チオカルバモイルのNH)

); 7.90 ~ 7.30, m, 5H (フェニル); 3.

90 ~ 3.70, m, 2H ( $\alpha$ -メチレン); 2.80

, s, 3H (イミダゾールのメチル); 1.76

, q (7Hz), t (7Hz), 2H ( $\beta$ -メチレン);

1.02, t (7Hz), 3H (末端メチル)

Mass: m/e 259 (M<sup>+</sup>), 226 (M<sup>+</sup> - SH), 202, 184, 104

, 77

4-イソプロピル-チオカルバモイル-2-フェ  
ニルイミダゾール

(以下余白)

, 6H (2個のフェニル); 7.85, s, 2H (5位

); 3.82, t (7Hz), 4H ( $\alpha$ -メチレン); 1.79, m, 4H ( $\beta$ -メチレン); 1.51, m, 4H ( $\gamma$ -

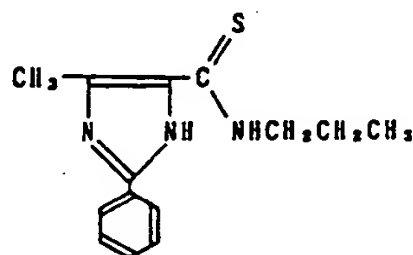
メチレン)

Mass: m/e 488 (M<sup>+</sup>), 455 (M<sup>+</sup> - SH), 286, 285, 284

, 228, 188, 187, 170, 145~141, 117~

115, 104, 98~95, 83, 69, 67, 57~55

4 (5) -n-プロピル-チオカルバモイル-2  
-フェニル-5 (4) -メチルイミダゾール



m.p. 165~167 °C (メタノール)。

弱酸性無色結晶。

メタノール、エタノール及びクロロホルムに可溶、水に不溶。

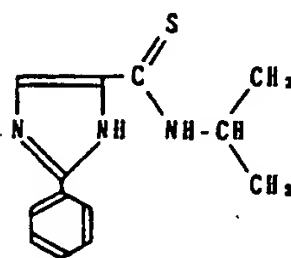
TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色) : Rf 0.81~0.86
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3270(15), 3190(17), 2935(27), 2925(29),

m.p. 131~133 °C

(四塩化炭素)。

中性無色結晶。

メタノール、エタノール、アセトン及びクロロホルムに可溶、水及びヘキサンに不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色) : Rf 0.79~0.87
 $\nu_{\text{KBr}}$   
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  : 3155(20), 3060(18), 2980(19), 2930(23),

2515(52), 1568(15), 1538(14), 1473(26),

1453(18), 1391(16), 1355(27), 1336(25),

1322(37), 1293(52), 1260(50), 1163(36),

1116(24), 1080(52), 1040(16), 965(46),

950(43), 920(58), 905(41), 857(65),

818(35), 783(38), 715(37), 691(27),

670(37)

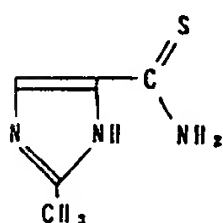
NMR(CDCI<sub>3</sub>) :  $\delta$  8.86, br. s, 1H (チオカルバモイル

のNH); 7.9~7.3, m, 6H (フェニル基

と 5位プロトン); 5.0 ~ 4.7, m, 1H (

メチン); 1.36, d (7Hz), 6H (メチル)

Mass: m/e 245 (M<sup>+</sup>), 188, 170, 104, 58

4-チオカルバモイル-2-メチルイミダゾール

m.p. 200 ~ 201 °C

(メタノール)。

中性淡黄色結晶。

メタノール、エタノール及びアセトンに易溶、熱水に可溶。

TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色) :

Rf 0.70~0.85

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub> : 3405(4), 3240(4), 3130(2), 2780(35),  
1710(60), 1610(2), 1560(13), 1550(11),  
1440(36), 1394(13), 1370(16), 1338(21),  
1223(48), 1170(30), 1105(12), 1000(19),  
850(10), 750(59)

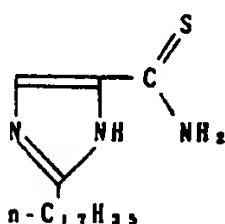
NMR(CD<sub>3</sub>OD): δ 7.70, s, 1H(5位); 2.37, s, 3H(メチル基)

Mass:m/e 143( M<sup>+</sup> +2), 142( M<sup>+</sup> +1), 141( M<sup>+</sup> ),  
125( M<sup>+</sup> -NH<sub>2</sub>), 109( M<sup>+</sup> -S), 108( M<sup>+</sup> -SH), 107, 82, 73, 42, 41

4-チオカルバモイル-2-エチルイミダゾール

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub> : 3400(18), 3280(15), 3180(9), 3090(28),  
2910(3), 2840(11), 1605(1), 1540(24),  
1458(39), 1397(14), 1370(33), 1220(57),  
1175(45), 1096(20), 987(37), 857(22),  
840(52), 750(51), 740(50), 708(57),  
673(51)

Mass:m/e 281( M<sup>+</sup> ), 210, 196, 154, 141, 121( M<sup>+</sup> -NH<sub>2</sub>), 107, 41

4-チオカルバモイル-2-n-ヘプタデシルイミダゾール

m.p. 119~122 °C

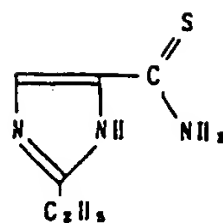
(メタノール)。

中性黄色結晶。

メタノール及びアセトンに易溶、水に難溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.82~0.93

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub> : 3400(29), 3290(27), 3180(19), 2910(2),  
2845(6), 1610(11), 1540(36), 1460(38),  
1400(30), 1370(45), 1175(56), 1100(40),  
985(52), 860(38), 750(63), 710(58),



m.p. 183~187 °C

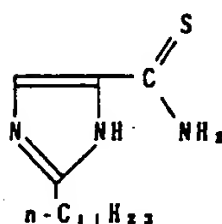
(メタノール)。

中性無色結晶。

メタノールに易溶、水に可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.65~0.75

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub> : 3270(18), 3190(22), 3050(21), 2960(30),  
2860(34), 2800(40), 2730(48), 1635(39),  
1555(25), 1530(27), 1395(21), 1340(35),  
1290(27), 1175(46), 1160(48), 1090(25),  
1060(43), 990(38), 860(32), 850(30),  
780(50), 710(38), 680(38)

Mass:m/e 155( M<sup>+</sup> ), 122( M<sup>+</sup> -SH), 964-チオカルバモイル-2-n-ウンデシルイミダゾール

m.p. 122~124 °C

(メタノール)。

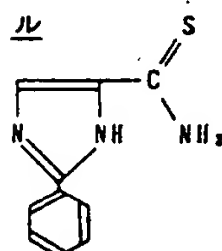
中性淡黄色結晶。

メタノール及びエタノールに可溶、水に不溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.86~0.94

670(66)

Mass:m/e 365( M<sup>+</sup> ), 331( M<sup>+</sup> -H<sub>2</sub>S), 176, 162,  
154, 141, 120, 107

4-チオカルバモイル-2-フェニルイミダゾール

m.p. 81~84 °C (メタノール)。

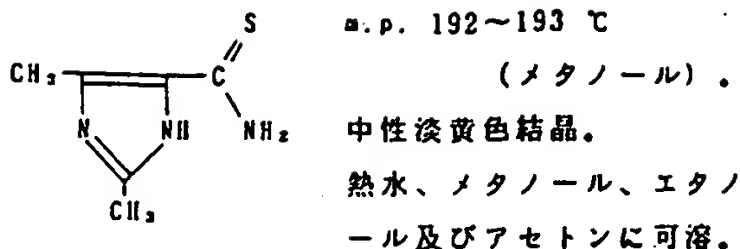
中性無色結晶。

メタノール及びアセトンに易溶、熱水に可溶。

TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.70~0.85

KBr  
ν<sub>cm<sup>-1</sup></sub> : 3370(15), 3240(25), 3160(18), 3130(15),  
2930(33), 2780(46), 1605(18), 1525(35),  
1475(33), 1440(39), 1390(40), 1350(32),  
1245(51), 1185(42), 1105(35), 995(49),  
940(58), 900(59), 850(26), 790(48),  
765(50), 672(24)

Mass:m/e 203( M<sup>+</sup> ), 170( M<sup>+</sup> -SH), 144, 116, 1044(5)-チオカルバモイル-2,5(4)-ジメチルイミダゾール



TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.75~0.85  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3420(4), 3140(6), 2970(17), 2820(31),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1660(45), 1605(8), 1580(34), 1545(18),  
 1470(49), 1405(16), 1360(14), 1330(26),  
 1170(43), 1140(46), 1030(32), 995(53),  
 885(18), 730(32)

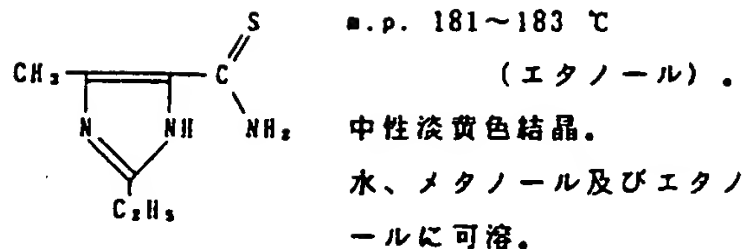
NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  2.62, s, 3H(4位メチル基); 2.31,

s, 3H(2位メチル基)

Mass:m/e 157(M<sup>+</sup>+2), 156(M<sup>+</sup>+1), 155(M<sup>+</sup>),  
 138(M<sup>+</sup>-NH<sub>2</sub>), 122(M<sup>+</sup>-SH), 121, 120,  
 97~94, 81, 55, 54, 42, 34

4(5)-チオカルバモイル-2-エチル-5(4)-メチルイミダゾール

(以下余白)

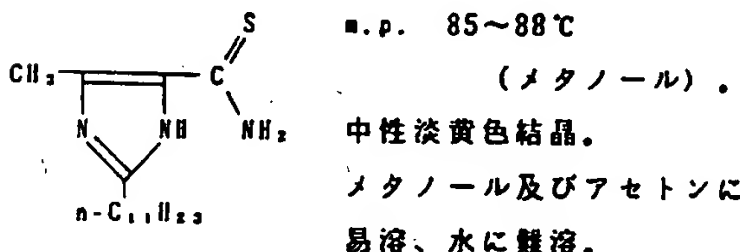


TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.79~0.89  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3300(18), 3180(17), 3140(17), 2970(28),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 2930(40), 1628(30), 1580(41), 1550(14),  
 1450(43), 1405(18), 1385(25), 1370(25),  
 1327(42), 1300(37), 1250(59), 1175(56),  
 1160(52), 1140(57), 1066(54), 1056(57),  
 1021(54), 953(57), 900(37), 880(38),  
 740(57), 685(43)

Mass:m/e 169(M<sup>+</sup>), 152(M<sup>+</sup>-NH<sub>2</sub>), 136(M<sup>+</sup>-SH), 122, 108, 56, 42, 28

4(5)-チオカルバモイル-2-n-ウンデシル-5(4)-メチルイミダゾール

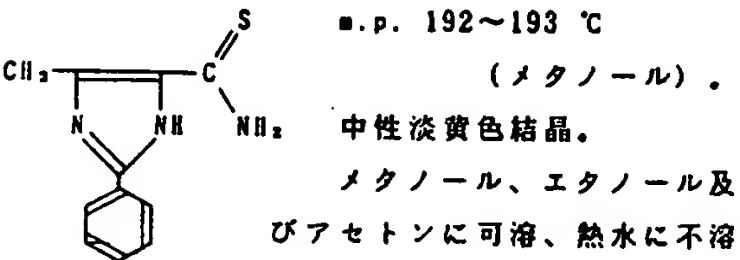
(以下余白)



TLC(シリカ, アセトン, I<sub>2</sub>発色): Rf 0.80~0.90  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3400(46), 3260(32), 3170(32), 3100(33),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 2950(25), 2915(8), 2845(20), 1640(22),  
 1595(28), 1540(33), 1460(41), 1405(35),  
 1370(40), 1175(58), 1020(56), 880(48),  
 710(58)

Mass:m/e 295(M<sup>+</sup>), 279(M<sup>+</sup>-NH<sub>2</sub>), 262(M<sup>+</sup>-SH), 168, 155, 139, 121

4(5)-チオカルバモイル-2-フェニル-5(4)-メチルイミダゾール



TLC(シリカ, メタノール, I<sub>2</sub>発色):

Rf 0.85~0.90  
 $\nu_{\text{KBr}}$ : 3290(24), 3170(16), 3110(13), 1580(32),  
 $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ : 1533(29), 1490(19), 1450(30), 1395(24),  
 1370(28), 1325(24), 1280(48), 1265(43),  
 1170(48), 1020(56), 960(33), 893(33),  
 873(30), 770(36), 735(53), 710(38),  
 685(17)

NMR(CD<sub>3</sub>OD):  $\delta$  7.92, d-d, 2H および 7.47~7.38,

t-t, 3H(フェニル基); 2.77, s, 3H(メチル基)

Mass:m/e 219(M<sup>+</sup>+2), 218(M<sup>+</sup>+1), 217(M<sup>+</sup>),  
 202, 200(M<sup>+</sup>-NH<sub>2</sub>), 184(M<sup>+</sup>-SH), 183,  
 159, 104, 55, 44

#### 実施例 1~73

表 1~6 に示す所定のイミダゾールジチオカルボン酸 0.05 モルと各種アミン化合物を各反応条件で加熱反応させ、同表に示した各後処理方法を行った結果、各 4(5)-チオカルバモイル-イミダゾール化合物の収率は表 1~6 に示したとおりであ

った。  
実施例74～82

表 7 に示す所定のイミダゾールジチオカルボン酸 1 モル、所定量のNH<sub>4</sub>OH 及び所定の溶剤をSUS 製加圧釜に密閉し、各反応条件で加熱反応させ、同表に示した各後処理方法を行ったところ、それぞれの 4 (5) -チオカルバモイルーイミダゾール化合物の収率は表 7 に示すとおりであった。

なお各後処理方法は次に示す方法で行った。即ち、加熱反応させた生成物を減圧濃縮してNH<sub>4</sub>SH を留去し、次いで残留物を所定の溶剤に溶かしたのち所定の酸を添加して酸性溶液とし、活性炭を加え濾過をする。得られた濾液を所定のアルカリを用いて中和し、析出する結晶を濾取したのち所定の溶剤を用いて再結晶させ精製した目的物を得た。

また酸性溶液とした際に目的物の塩が析出する場合には、中和せずにその塩を濾取したのち再結晶させて精製し、次いでアルカリを用いて目的物の遊離塩基を得た。

アルカリを用いて中和した際に結晶を析出しない場合には、中和した溶液を乾固し、乾固物を所定の溶剤により抽出し再結晶して精製した目的物を得た。  
(以下余白)

表 1

No.	ジチオカルボン酸の種類	アミン種類	アミン量 (モル)	溶 剤 (ml)	H <sub>2</sub> S捕捉剤 (g)	反応温度 (℃)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法	収 率 (モル) (モル%)
1	イミダゾール	メチルアミン塩酸塩	0.055	水 20	NaOH 2	還 流	4	反応液濾過、濾液乾固、乾固物水再結	0.029 58
2	"	エチルアミン 70%aq	0.07	" 40	" 4	50~80	6	反応液CO <sub>2</sub> 中和、乾固、メタノール抽出、抽出液より硫酸塩濾取、中和、析出結晶水再結	0.022 44
3	"	n-プロピルアミン	0.055	" 30	" 2	"	3	油層分液、硫酸塩濾取、中和、析出結晶トルエン再結	0.025 50
4	"	イソプロピルアミン	0.05	" 30	" "	40~還流	2 2	油層分液、硫酸塩濾取、K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 中和、析出結晶水再結	0.021 41
5	"	n-ブチルアミン	0.055	" 20	" "	還 流	2	反応液CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、HCl塩エタノール再結、NaOH中和、析出結晶水再結	0.032 64
6	"	イソブチルアミン	"	" "	" "	112	3	反応液CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、アセトン抽出、抽出物水再結	0.030 60
7	"	n-ドデシルアミン	0.05	" 30	" "	還 流	"	析出結晶濾取、メタノール再結	0.029 57
8	"	n-ステアシルアミン	0.052	水 200 n-BuOH 40	なし	"	4	"	0.040 80
9	"	ジメチルアミン 40% aq	0.055	水 10	"	"	2	反応液濾過、濾液乾固、乾固物エタノール再結	0.035 71
10	"	ジエチルアミン塩酸塩	"	" 20	NaOH 4	"	3	反応液CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、アセトン再結	0.015 31
11	"	エチレンジアミン	0.025	" 30	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 5	"	4	析出結晶濾取、シリカカラムクロマト (アセトン)、流出物水再結	0.0053 21
12	"	1,6-ヘキサメチレンジアミン	0.05	" 40	NaOH 2	"	3	反応液乾固、硫酸塩濾取、中和、乾固、メタノール抽出、乾固、メタノール再結	0.0158 63
13	"	ベンジルアミン	0.055	" 20	" "	"	2	反応液CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、メタノール再結	0.032 65

表2

No	ジチオカルボン酸の種類	アミン種類	アミン量 (モル)	溶 剤 (ml)	H <sub>2</sub> S濃度 (g)	反応温度 (℃)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法	収 率 (モル) (モル%)
14	イミダゾール	ベンジルアミン	0.055	DMSO 40	なし	100	2	反応液乾固、硫酸塩水再結、中和、析出結晶濾取	0.031 62
15	"	シクロヘキシルアミン	"	水 20	NaOH 2	還 流	3	析出結晶濾取、メタノール再結	0.037 74
16	"	ピペリジン	"	" 500	なし	"	2	析出結晶濾取、水再結	0.0195 39
17	"	ピペラジン・6 aq	0.05	" 40	NaOH 2	"	3	反応液乾固、メタノール抽出、抽出物を硫酸塩となし水再結、中和	0.0141 56
18	"	モルホリン	0.055	" 20	"	"	"	反応液CO <sub>2</sub> 、中和、結晶濾取、エタノール再結	0.030 61
19	"	フェニルヒドラジン	0.05	" 40	"	"	"	反応液乾固、メタノール抽出、抽出物を硫酸塩となし、中和、乾固、メタノール抽出、メタノール アセトン再結	0.029 58
20	"	グリシン	"	" 20	"	"	4	反応液濾過、水に溶かし、濾過、濾過物を硫酸塩となし水で再結	0.016 32
21	"	ヒスタミン硫酸塩	0.053	" 20	" 6.6	"	2	反応液CO <sub>2</sub> 、中和、結晶濾取、水再結	0.024 45
22	4-メチルイミダゾール	炭酸アンモニウム	0.05	" 30	なし	"	3	析出結晶濾取、活性炭処理、水再結	0.025 51
23	"	メチルアミン硫酸塩	0.055	" 30	NaOH 4	"	2	反応液CO <sub>2</sub> 、中和、結晶濾取、水再結、アセトン再結	0.032 64
24	"	エチルアミン 70% aq	0.05	" 40	" 2	60~70	8	反応液濾過、結晶濾取、メタノール再結	0.029 58
25	"	n-プロピルアミン	0.055	" 30	"	60 還 流	2 2	析出結晶濾取、水再結	0.023 46
26	"	イソプロピルアミン	"	"	"	"	"	"	0.016 32

表3

No	ジチオカルボン酸の種類	アミン種類	アミン量 (モル)	溶 剤 (ml)	H <sub>2</sub> S濃度 (g)	反応温度 (℃)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法	収 率 (モル) (モル%)
27	4-メチルイミダゾール	n-ブチルアミン	0.055	水 20	NaOH 4	還 流	2	反応液CO <sub>2</sub> 、中和、結晶濾取、アセトン再結	0.026 52
28	"	イソブチルアミン	"	"	"	"	3	"	0.023 46
29	"	n-ドデシルアミン	"	" 40	" 2	"	"	析出結晶濾取、硫酸塩、メタノール再結、K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 、中和、アセトン再結	0.0265 53
30	"	n-ステアリルアミン	0.05	メタノール 80	"	"	7	反応液濾過、結晶濾取、メタノール再結	0.036 72
31	"	ジエチルアミン 40% aq	0.055	水 20	"	"	2	反応液CO <sub>2</sub> 、中和、結晶濾取、水再結	0.039 78
32	"	ジメチルアミン硫酸塩	"	"	" 4	"	6	反応液をリン酸で酸性化、濾過、濾液をNaOH中和、濾過、濾過物を硫酸塩、水再結	0.004 8
33	"	1,2-プロピレンジアミン	0.05	" 40	"	"	"	反応液中和、濃縮、メタノール抽出、抽出物を硫酸塩、中和	0.0037 15
34	"	1,6-ヘキサメチレンジアミン	"	"	" 2	"	4	反応液濾過、結晶濾取、メタノール再結	0.041 86
35	"	アニリン	"	" 30	"	"	"	油層分液、アセトンに溶かし活性炭処理、濾液乾固、アセトニトリル再結、メタノール再結	0.024 48
36	"	ベンジルアミン	0.055	"	"	"	"	析出結晶濾取、アセトン再結	0.035 70
37	"	シクロヘキシルアミン	0.05	" 40	" 4	"	6	析出結晶濾取、メタノール再結	0.036 72
38	"	ピペリジン	0.055	" 30	" 2	"	2	析出結晶濾取、水再結	0.031 62
39	"	ピペラジン	0.05	" 40	"	"	6	反応液濾過、結晶濾取、メタノール再結	0.010 41

表 4

No.	ジチオカルボン酸の種類	アミン種類	アミン量 (モル)	溶 剤 (ml)	H <sub>2</sub> S捕足剤 (g)	反応温度 (°C)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法	収 率 (モル)(モル%)
40	4-メチルイミダゾール	モルホリン	0.055	水 30	NaOH 2	還 流	3	反応液CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、水再結	0.021 43
41	"	フェニルヒドラジン	0.05	" 40	" 4	"	5	析出結晶濾取、メタノール再結	0.015 30
42	"	アリルアミン	0.053	"	"	60~70	8	反応液濃縮、結晶濾取、メタノール再結	0.0204 41
43	"	1-アミノエチル-2-メチルイミダゾール	0.05	"	"	還 流	4	析出結晶濾取、メタノール再結	0.0273 55
44	"	ヒスタミン塩酸塩	0.055	" 20	"	"	"	反応液CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、活性炭処理、乾固、水再結	0.022 45
45	"	グリシン	"	"	" 2	"	2	反応液CO <sub>2</sub> 中和、塩酸酸性化、活性炭処理、乾固、K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 中和、結晶濾取、メタノール再結	0.022 45
46	"	α-dl-アラニン	0.05	" 25	" 4	"	5	反応液塩酸酸性化、濾過、濾液濃縮、エタノール溶液を白土通過、通過液をシリカカラムクロマト	0.022 45
47	"	dl-バリン	"	" 30	" 2	"	4	反応液乾固、エタノールに溶かしシリカクロマト、流出物再結、メタノール再結	0.0217 44
48	"	dl-メチオニン	"	"	" 4	"	"	反応液塩酸中和、濾過、濾液再結、メタノール再結	0.019 38
49	"	dl-イソロイシン	"	"	"	"	5	反応液塩酸中和、結晶濾取、水溶液活性炭処理、乾固、エタノール再結	0.021 42
50	"	dl-フェニルアラニン	"	" 20	"	"	3	反応液塩酸中和、結晶濾取、アセトニトリル再結、水再結	0.029 59
51	"	dl-チロシン	"	" 30	"	"	6	反応液塩酸中和、濾過、濾液乾固、エタノール溶液白土処理、乾固、水洗、エタノール再結	0.018 37

表 5

No.	ジチオカルボン酸の種類	アミン種類	アミン量 (モル)	溶 剤 (ml)	H <sub>2</sub> S捕足剤 (g)	反応温度 (°C)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法	収 率 (モル)(モル%)
52	4-メチルイミダゾール	dl-トリプトファン	0.05	水 40	NaOH 4	還 流	6	反応液塩酸中和、濾過、濾液を塩酸でpH 4、結晶濾取、活性炭処理、乾固、メタノール再結	0.015 31
53	"	l-リジン塩酸塩	"	" 30	"	"	4	反応液乾固、メタノール溶液、シリカカラムクロマト、通過液乾固、メタノール再結	0.004 9
54	"	l-ヒスチジン	"	" 25	" 2	"	"	反応液乾固、エタノール溶液、シリカカラムクロマト、通過液再結、メタノール再結	0.0226 45
55	2-メチルイミダゾール	イソプロピルアミン	"	" 30	Ba(OH) <sub>2</sub> 8	50	3	析出結晶濾取、メタノール抽出、抽出液乾固、メタノール再結	0.030 60
56	"	n-ブチルアミン	"	"	CuCO <sub>3</sub> 3	還 流	2	反応液濾過、濾液乾固、メタノール抽出、抽出液乾固、水再結	0.033 66
57	"	イソブチルアミン	"	"	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 6	"	4	析出結晶濾取、メタノール抽出、抽出液乾固、水溶液活性炭処理、乾固、メタノール再結	0.027 54
58	2-メチルイミダゾール・2n塩	ベンジルアミン	"	"	な し	"	2	析出結晶濾取、メタノール抽出、抽出液乾固、エタノール再結	0.037 74
59	2-メチルイミダゾール	"	"	" 40	Zn(OH) <sub>2</sub> 15	"	"	析出結晶濾取、メタノール抽出、抽出液乾固、アセトン抽出、抽出液乾固、エタノール再結	0.037 75
60	"	ピペリジン	"	" 20	な し	"	"	反応液濾過、濾液にKOHを加え、熱時活性炭処理、熱時白土処理、冷時結晶濾取、水再結	0.022 45
61	"	1,6-ヘキサンジアミン	0.026	" 40	NaOH 2	"	6	析出結晶濾取、メタノール再結	0.0173 69
62	"	dl-スレオニン	0.05	" 30	"	"	4	反応液塩酸中和、活性炭処理、濃縮、結晶濾取、メタノール再結	0.0379 76



表6

No	ジチオカルボン酸の種類	アミン種類	アミン量 (モル)	溶 剤 (ml)	H <sub>2</sub> S付混剤 (g)	反応温度 (℃)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法	収 率 (モル) (モル%)
63	2-エチルイミダゾール	ジメチルアミン 40%aq	0.05	水 30	NaOH 2	運 流	3	反応液CO <sub>2</sub> 中和、活性炭処理、乾固、メタノール抽出、HBr塩濾取、エタノール再結	0.022 44
64	2-イソプロピルイミダゾール	アンモニア水 (28%)	30ml	—	な し	80	8	反応液乾固、水再結	0.022 44
65	2-ウンデシルイミダゾール	イソプロピルアミン	0.055	水 20	NaOH 2	運 流	4	油層分液、硫酸塩、アセトン再結	0.025 50
66	2-ヘプタデシルイミダゾール	ベンジルアミン	0.05	メタノール 50 水 4	" "	"	3	反応液CO <sub>2</sub> 中和、乾固、アセトン抽出、硫酸塩濾取、アセトン再結、メタノール再結	0.038 76
67	2, 4(5)-ジメチルイミダゾール	n-ドデシルアミン	"	水 25	" "	"	7	油層分液、硫酸塩濾取、メタノール再結、K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 中和塩析、塩析物アセトニトリル再結	0.023 46
68	2-エチル-4(5)-メチルイミダゾール	シクロヘキシルアミン	"	" 40	" 4	"	6	析出結晶濾取、メタノール再結	0.027 54
69	2-ウンデシル-4(5)-メチルイミダゾール	モルホリン	0.055	メタノール 40 水 4	" 2	"	3	反応液CO <sub>2</sub> 中和、乾固、アセトン抽出、硫酸塩濾取、アセトン再結	0.027 54
70	2-フェニルイミダゾール	イソプロピルアミン	0.05	水 20	Ni(OH) <sub>2</sub> 4	"	"	析出物メタノール溶液濾過、濾液乾固、NaOH水溶液、濾過、CO <sub>2</sub> 中和、結晶濾取、メタノール溶液、硫酸塩濾取、メタノール再結	0.0149 30
71	"	n-プロピルアミン	0.053	" 30	KOH 6	60 ~70	6	析出結晶濾取、メタノール再結	0.033 66
72	"	1,6-ヘキサメチレンジアミン	0.026	メタノール 40	NaOH 2	運 流	"	"	0.0168 67
73	2-フェニル-4(5)-メチルイミダゾール	n-プロピルアミン	0.053	水 30	" "	50 100	1.5 0.5	析出結晶濾取、水洗、メタノール再結	0.0286 57

表7

No	ジチオカルボン酸の種類	NH <sub>4</sub> OH (25X) (モル)	溶 剤 (ml)	反応温度 (℃)	反応時間 (hr)	後 処 理 方 法					収 率 (モル) (モル%)
						溶 剤	酸	アルカリ	再結溶剤		
74	2-メチルイミダゾール	3. 3	水 1500	1 2 0	3. 0	水	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	水		0.695 69.5
75	2-エチルイミダゾール	3. 0	水 1200	"	2. 0	"	HCl	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	"		0.660 66.0
76	2-ウンデシルイミダゾール	3. 5	水 900 メタノール 500	1 1 5	3. 0	メタノール	"	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	メタノール	中和溶液を乾固、乾固物を抽出	0.925 92.5
77	2-ヘプタデシルイミダゾール	3. 0	水 500 メタノール 700	1 2 0	"	"	"	"	"	酸性下時に析出する塩を濾取	0.625 62.5
78	2-メチル-4(5)-メチルイミダゾール	3. 5	水 1300	1 1 5	2. 0	水	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	"	水		0.650 83.8 ※
79	2-エチル-4(5)-メチルイミダゾール	3. 5	水 1300	"	"	"	"	"	"		0.640 79.0 ※
80	2-ウンデシル-4(5)-メチルイミダゾール	3. 0	水 800 メタノール 200	1 2 0	"	メタノール	HCl	"	メタノール	酸性下時に析出する塩を濾取	0.600 60.0
81	2-フェニルイミダゾール	2. 0	水 1000 メタノール 100	"	"	"	"	"	"	酸性下時に析出する塩を濾取	0.640 64.0
82	2-フェニル-4(5)-メチルイミダゾール	3. 5	水 900 メタノール 500	1 1 5	"	"	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	"	"		0.645 64.5

※：未反応物を回収して得られた補正収率